

# Whiskers de hidroxiapatita a partir da hidrólise do $\alpha$ -TCP

**Guinéa Brasil Camargo Cardoso**, Departamento de Engenharia de Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP.

e-mail: [guicardoso@fem.unicamp.br](mailto:guicardoso@fem.unicamp.br)

**Mariana Motisuke**, Departamento de Engenharia de Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP.

e-mail: [motisuke@fem.unicamp.br](mailto:motisuke@fem.unicamp.br)

**Cécilia Amelia de Carvalho Zavaglia**, Departamento de Engenharia de Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP.

e-mail: [zavagl@fem.unicamp.br](mailto:zavagl@fem.unicamp.br)

**Antônio Celso Fonseca de Arruda**, Departamento de Engenharia do Petróleo, Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP.

e-mail: [arruda@dep.fem.unicamp.br](mailto:arruda@dep.fem.unicamp.br)

## Introdução

A engenharia tecidual aparece como um campo multidisciplinar que envolve a ciência e conhecimentos das engenharias, com o foco de desenvolver substitutos biológicos que restaurem, mantenham ou melhorem a função de diferentes tecidos<sup>1</sup>. Atualmente são utilizados scaffolds que permitem a melhora das propriedades mecânicas com o intuito de mimetizar o tecido estudado.

A utilização de whiskers e fibras de hidroxiapatita, como reforços em compósitos permitem uma melhora nas propriedades mecânicas, assim como na biocompatibilidade, devido à similaridade química entre a hidroxiapatita e a parte mineral óssea.

Esses reforços podem ser sintetizados por diferentes métodos, tais como métodos hidrotérmicos, precipitação homogênea, síntese em alta temperatura, sistema sol-gel<sup>2-5</sup> e também a hidrólise do  $\alpha$ -TCP<sup>6</sup>.

Nesse trabalho o foco foi à hidrólise do  $\alpha$ -TCP para resultar em whiskers de hidroxiapatita que podem ser utilizados como reforços em compósitos para a engenharia tecidual.

## Materiais e métodos

Foram utilizados reagentes sinterizados pelo método de precipitação em solução aquosa, permitindo, assim, a confecção de monetita ( $\text{CaHPO}_4$ ) e carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) com alta pureza e, principalmente, livres de Mg.<sup>7</sup>

O  $\alpha$ -TCP foi produzido através da mistura e homogeneização em almofariz de ágata de carbonato de cálcio e monetita em uma proporção molar de 1:2. A mistura reacional foi então

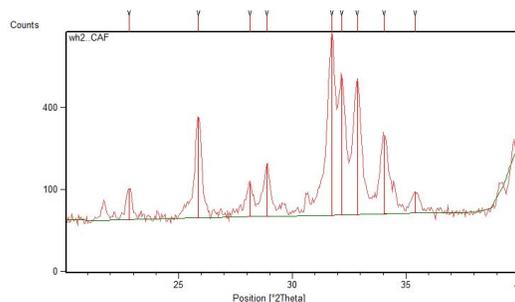
sinterizada a 1300°C durante 20 horas com uma taxa de aquecimento de 4°C/min.

A hidrólise do  $\alpha$ -TCP ocorreu durante 6 horas a uma temperatura de 90 °C, sob agitação constante e, através da adição de hidróxido de amônio (NaOH), o pH foi mantido sempre em 11<sup>8</sup>.

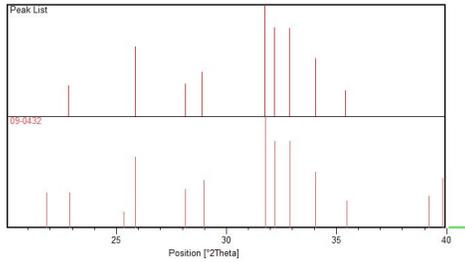
Caracterização: A pureza da fase cristalina obtida após a hidrólise foi determinada qualitativamente com o DMAX 2200 X-Ray Diffractometer (Rigaku, Japan) (CuK $\alpha$ , Ni filtro, 20kV, 20 mA, 20-40° (2 $\theta$ ), 0,05° (2 $\theta$ ) /s). A relação Ca/P, por sua vez, foi calculada a partir da quantificação dos elementos Ca, P e O através de fluorescência de raios X (Rigaku RIX 3100). Finalmente, a morfologia foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV JEOL JXA-840 A).

## Resultados e Discussão

A hidrólise do  $\alpha$ -TCP mostrou-se um processo rápido e simples que permitiu a formação de whiskers de hidroxiapatita com pureza de fase cristalina como visto na 1 e 2.

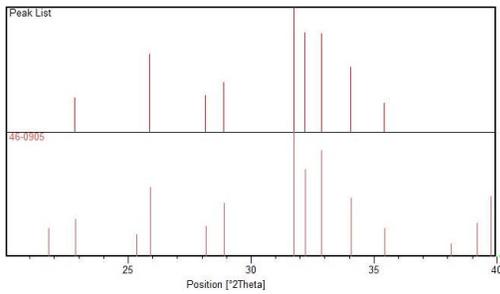


**Figura 1: DRX dos whiskers de hidroxiapatita, mostrando os principais picos.**



**Figura 2: DRX da amostra com o JCPDS (09-0432), visto a presença dos principais picos.**

Ao comparar com o JCPDS da hidroxiapatita deficiente em cálcio (46-0905) foi encontrado uma semelhança, figura 3, entretanto ao realizar a relação Ca/P notou que não pode ser considerada CDHA.



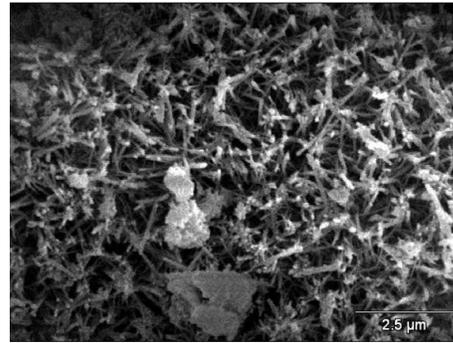
**Figura 3:DRX dos whiskers de ha, comparando com JCPDS (46-0905).**

Pela análise quantitativa da fluorescência é calculado a porcentagem dos elementos fósforo, cálcio e oxigênio, obtendo a relação Ca/P de 1,67, observado na tabela 1.

Elemento	nHA (em -%)
Ca	34,29
P	15,84
O	42,67
<b>Ca/P</b>	<b>1,67</b>

**Tabela 1: Resultados FRX em porcentagem e a relação Ca/P.**

Conforme verificado por microscopia eletrônica de varredura, os whiskers apresentam uma estrutura semelhante a de fibras, entretanto com uma dimensão inferior a esse, sendo o comprimento em torno de 2 a 3  $\mu\text{m}$ , como visto na figura 4.



**Figura 4: Imagem dos whiskers de fibra, com um aumento de 10000x.**

## Conclusão

Os whiskers de hidroxiapatita apresentam importantes papéis quando participam de compósitos, direcionados para o tecido ósseo, já que melhoram as propriedades mecânicas, atuando como reforço na estrutura e permitem uma osteocondução, ou seja, possuem uma estrutura química, uma relação Ca/P, que é capaz de formar uma ligação entre o material e a porção mineral do osso.

O processo de hidrólise do  $\alpha$ -TCP, permite a formação de whiskers de hidroxiapatita, esse processo pode ser considerado como eficiente e simples. Apresentando uma estrutura semelhante a fibra, contudo com uma dimensão inferior. Entretanto os whiskers apresentam uma dificuldade quando o foco é a distribuição homogênea desse, já que possui uma tendência a aglomerar quando dispersos em uma solução, necessitando assim, uma melhor distribuição, para um máximo aproveitamento de suas qualidades.

## Referências

1. Kaigler, D e Mooney, D, *J Dent Educ*, v.65, n.5, p.456-462, 2001.
2. Asaoka N.; Suda H.; Yoshimura M. *The Chemical Society of Japan*, n. 1, p. 25-29, 1995.
3. Ota Y.; Iwashita T.; Kasuga T. *et al. J. Am. Ceram. Soc.*,v. 81, n. 6, p. 1665-1668, 1998.
4. Kamiya K.; Yoko T.; Tanaka K. *et al. J. Mater. Sci.*, v. 24,p. 827-832, 1989.
5. Fujishiro Y.; Yabuki H.; Kawamura K. *et al. J. Chem.Tech. Biotechnol*, v. 57, p. 349-353, 1993.
6. Park H.C., et. al., *J. Mater. Sci.* v.39, p.2531-2534,2004.
- 7.Motisuke M., et.al., *Engineering Materials Vols. 361-363*,p.199-202,2008.
- 8.Ramos S.L.F., et.al., *Engineering Materials Vols, 396-398*, p. 501-503, 2009.