



## Síntese e caracterização da biocerâmica beta tricálcio fosfato porosa

### Synthesis and characterization of porous beta tricalcium phosphate bioceramics

Caio Brito Dias<sup>1</sup>, João Miguel Martins Postigo<sup>2</sup>, Carlos Eduardo Cava<sup>3</sup>, Luís Fernando Cabeça<sup>4</sup>

#### RESUMO

O beta tricálcio fosfato ( $\beta$ -TCP) é uma biocerâmica biocompatível que está ganhando grande significância em diversas aplicações médicas e principalmente odontológicas, devido as suas composições semelhantes ao tecido ósseo. Porém essa biocerâmica apresenta particularidades estruturais que dificultam seu uso, como a baixa porosidade, impedindo o desenvolvimento e disseminação das células ósseas nesse material. A síntese desse biomaterial juntamente com fibras de papel pode gerar poros no produto final. Com isso, o método In Situ do  $\beta$ -TCP foi feito com fibras de papel objetivando o aumento da porosidade. Algumas alternativas foram estudadas visando a otimização da formação do  $\beta$ -TCP para a melhoria da porosidade através do uso das fibras do papel e posteriormente a queima dessas fibras para deixarem os espaços antes ocupados entre os cristais da cerâmica. Foi possível a otimização do composto devido ao aumento de poros obtidos na biocerâmica. Assim, nota-se que a metodologia utilizada para a fabricação  $\beta$ -TCP poroso, feita com fibras de papel, apresentou resultados satisfatórios.

**PALAVRAS-CHAVE:** Beta-tricálcio fosfato; biocerâmica; biomaterial; fibras de papel; porosidade.

#### ABSTRACT

Beta tricalcium phosphate ( $\beta$ -TCP) is a biocompatible bioceramic that is gaining significant importance in various medical applications, especially in dentistry, due to its compositions similar to bone tissue. However, this bioceramic has structural peculiarities that hinder its use, such as low porosity, preventing the development and spread of bone cells in this material. The synthesis of this biomaterial along with paper fibers can create pores in the final product. Thus, the In Situ method of  $\beta$ -TCP was carried out with paper fibers with the aim of increasing porosity. Several alternatives were studied to optimize the formation of  $\beta$ -TCP for improved porosity through the use of paper fibers and subsequently burning these fibers to create spaces between the crystals of the ceramic that were previously occupied. Optimization of the compound was possible due to the increased porosity obtained in the bioceramic. Therefore, it is evident that the methodology used for the fabrication of porous  $\beta$ -TCP with paper fibers yielded satisfactory results.

**KEYWORDS:** Beta-tricalcium phosphate; bioceramic; biomaterial; paper fibers; porosity.

## INTRODUÇÃO

O beta-tricálcio fosfato ( $\beta$ -TCP) é uma biocerâmica a base de fosfato de cálcio amplamente estudado devido suas composições semelhantes aos tecidos ósseos

<sup>1</sup> Bolsista PIBICT/UTFPR. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, PR, Brasil. E-mail: caiobritodias@alunos.utfpr.edu.br. ID Lattes: 7941879332770410.

<sup>2</sup> Bolsista PIBICT/UTFPR. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, PR, Brasil. E-mail: jpostigo@alunos.utfpr.edu.br. ID Lattes: 8849630913792920.

<sup>3</sup> Docente do Departamento acadêmico de Química. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, PR, Brasil. E-mail: luiscabeça@utfpr.edu.br. ID Lattes: 2028423293665464

<sup>4</sup> Docente do Departamento acadêmico de Materiais. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, PR, Brasil. E-mail: carloscava@utfpr.edu.br. ID Lattes: 2534829129105740



encontrados no corpo humano (GARAGIOLA et al., 2016 apud DALLE MOLE et al., 2021).

Apesar desse material apresentar diversas vantagens, principalmente na interação favorável com os tecidos vivos, essa biocerâmica sintetizada apresenta particularidades estruturais que dificultam a integração de células jovens, como a baixa porosidade, impedindo a disseminação de uma maneira mais eficaz dos osteoblastos no material enxertado. Nesse âmbito, para que o processo funcione de maneira mais adequada, o material deve possuir poros interconectados para assim os osteoblastos penetrarem no material de forma ideal, funcionando como scaffolds (PARSONS et al., 1988 apud FREITAS, 2020).

Dessa forma, esse trabalho objetiva a síntese do beta-tricálcio fosfato ( $\beta$ -TCP) poroso de maneira econômica, visto a necessidade de porosidade neste material, explorando uma forma de fabricação através do uso de papel filtro para obtenção das fibras que irão gerar a modificação estrutural (VICENTE, 2022), visando sua melhor atuação em procedimentos médicos.

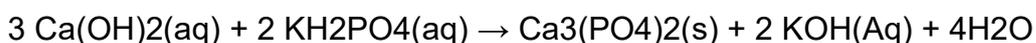
## OBJETIVO

Síntese do beta-tricálcio fosfato ( $\beta$ -TCP) poroso utilizando métodos de baixo custo.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Para a síntese das fibras de papel: a princípio foi pesado uma massa de papel filtro desejada em um béquer e em seguida o mesmo foi triturado com um mixer convencional juntamente com 200 ml de água destilada. Posteriormente, foi adicionado à solução de papel triturado uma solução de CaO (2 M), em uma proporção 3 ml/g em relação a massa de papel. Finalmente, a mistura foi agitada continuamente durante 30 minutos em um agitador magnético com 700rpm e temperatura ambiente. É importante apontar que a massa de papel não foi especificada, pois durante o projeto foi trabalhado massas proporcionais em 20%, 40% e 80% em relação a massa de  $\beta$ -TCP produzida.

Para a síntese da biocerâmica ( $\beta$ -TCP): foi utilizado o método úmido de co-precipitação, um processo de cristalização no qual substâncias solúveis se juntam aos precipitados durante sua formação (ARCOS, 2014 apud SILVA, 2022), onde possui uma razão estequiométrica Ca/P de 1,5 representada pela reação abaixo:



Primeiramente, foi preparado uma solução de fosfato de potássio (fonte de íons fosfato) ao adicionar 4,38 g de fosfato de potássio monobásico em 200ml de água sendo misturado por um agitador magnético por 10 minutos. Em seguida foi adicionado as fibras de papel que atua como formador de poros intragranulares (processo In Situ). A seguir foi realizado a solução de hidróxido de cálcio (fonte de íons cálcio) adicionando 2,71g de óxido de cálcio em 200ml de água. Posteriormente foi feito a co-precipitação, gotejado lentamente a solução de hidróxido de cálcio na solução de fosfato de potássio sob agitação (a co-precipitação ocorre quando os íons cálcio e fosfato reagem para formar cristais de  $\beta$ -TCP). É importante evidenciar que durante o processo de gotejamento,

houve um controle de pH visto que para a formação da  $\beta$ -TCP acontecer adequadamente, é necessário que o pH no meio esteja neutro (7).

Após o processo de gotejamento e o término da reação, a solução foi mantida em repouso aguardando a decantação do pó formado, após a decantação total, o  $\beta$ -TCP foi filtrado e seco em uma estufa por 24h a 70°C para que ocorra a secagem completa. Por fim, o pó seco foi triturado em um cadinho e posteriormente submetido à tratamento térmico no forno para queima das fibras, a fim das mesmas deixarem o espaço que antes ocupavam entre os cristais da cerâmica gerando poros.

A curva de sinterização apresentou a taxa de 1°C por minuto até 800°C, 5°C por minuto entre 800°C e 1100°C e um patamar de 1 hora em 1100°C em um forno Nabertherm LHT 02/17 LB Speed.

A amostra de  $\beta$ -TCP foi submetida a difratometria de raio X (DRX), qual foi realizado em um equipamento de modelo D2 Phaser 2nd Gen mostrado com ânodo de cobre e conduzido pelo Laboratório Multiusuário da UTFPR - Londrina. Além da fonte de radiação de cobre, foi utilizado os parâmetros de  $2\theta$  graus variando entre 20° a 80° com velocidade de 0,03°/s e fenda (slit) de 0,2mm.

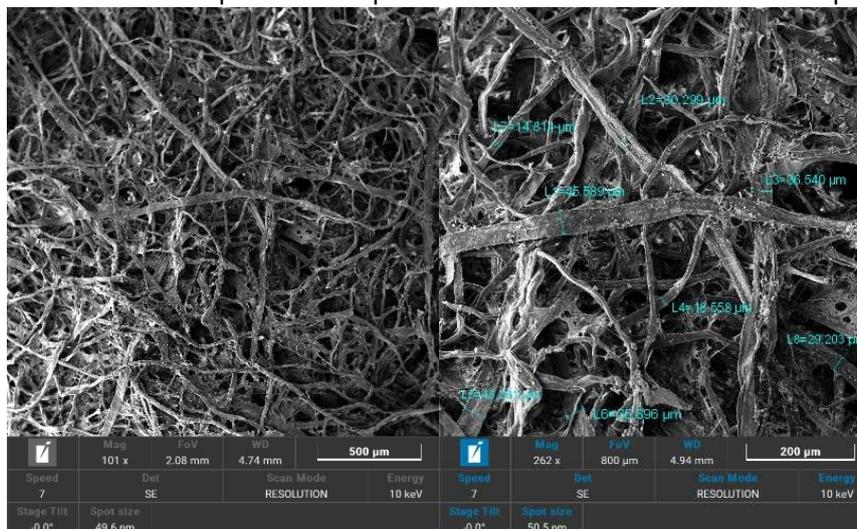
Amostras secas de fibras de papel e  $\beta$ -TCP foram submetidas ao recobrimento de ouro e analisadas no MEV. As imagens foram obtidas no microscópio Tescan Vega alocado no laboratório Multiusuário da UTFPR - Londrina.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

Durante o processo de produção desse material, foi realizado uma série de análises visando a verificação de sua formação adequada pela reação e geração de poros proposto pelo método desenvolvido.

Os experimentos de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) nas amostras de fibras de papel nos mostram a superfície do material e assim conseguimos avaliar a formação das fibras como mostrado na Figura 1. Observa-se que a largura da fibra varia de 10 a 50  $\mu\text{m}$ .

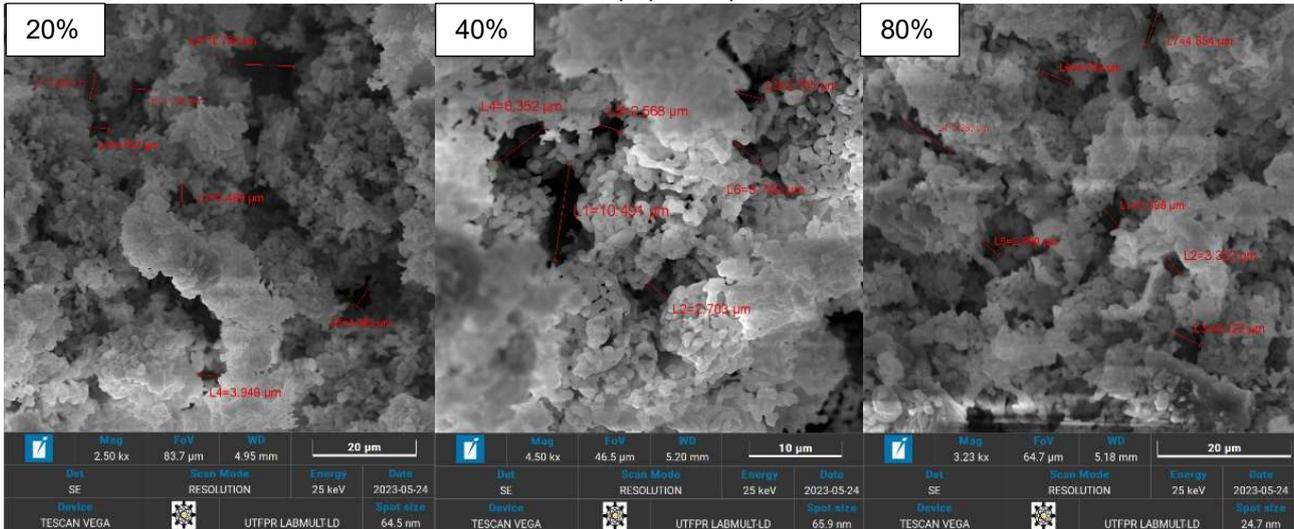
Figura 1 – Resultados obtidos por microscopia eletrônica de varredura da fibra de papel sintetizada



Fonte: Autoria própria.

A Figura 2 mostra o MEV do  $\beta$ -TCP. Também é possível verificar a formação de poros na biocerâmica. Entretanto, não se observa uma variação de poros significativa com o aumento da porcentagem de fibras.

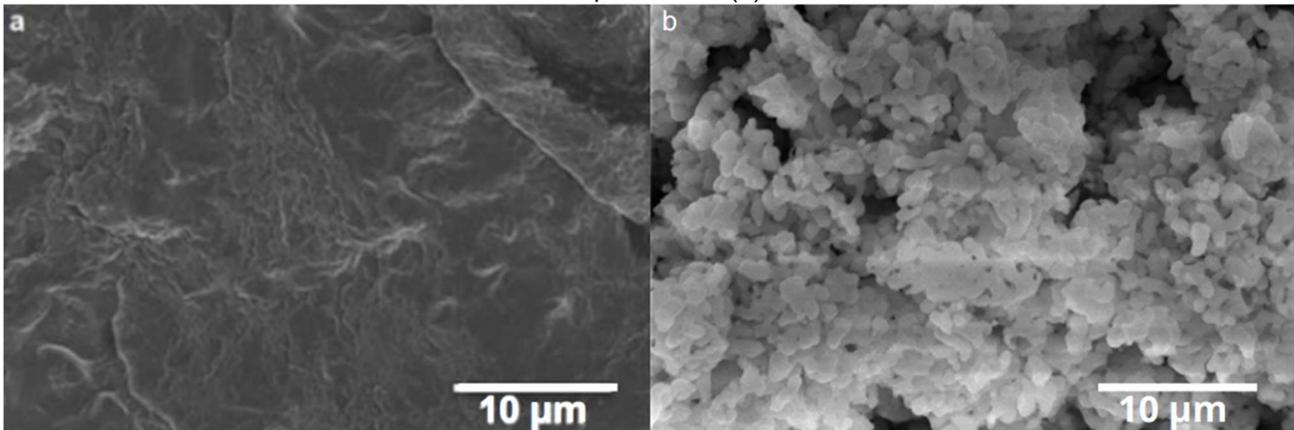
**Figura 2** – Resultados obtidos por microscopia eletrônica de varredura do  $\beta$ -TCP formado com 20%, 40% e 80% de fibras de papel respectivamente



Fonte: Autoria própria.

A Figura 3 mostra a diferença entre  $\beta$ -TCP sem as fibras e  $\beta$ -TCP com 40% de fibras. É possível observar um aumento na quantidade de poros quando comparamos as duas imagens.

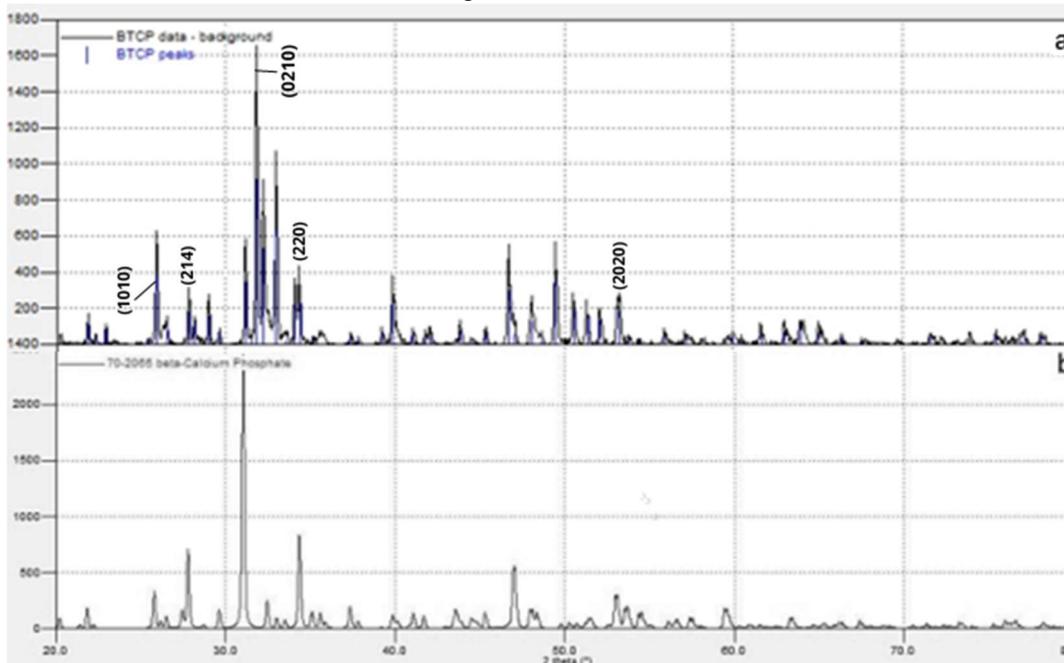
**Figura 3** – Resultados obtidos por microscopia eletrônica de varredura do  $\beta$ -TCP formado sem poros (a) e com poros 40% (b)



Fonte: Autoria própria.

Com a análise de DRX, por ser uma ferramenta versátil e poderosa para a caracterização de materiais, foi possível avaliar que ocorreu a formação da biocerâmica desejada ( $\beta$ -TCP) ao comparar os picos obtidos em comparação com a literatura.

**Figura 4** – Difratoograma de raios X da amostra de  $\beta$ -TCP, em que: (a) difratograma experimental; (b) difratograma da literatura



Fonte: Autoria própria.

## CONCLUSÕES

Diante do exposto, podemos ressaltar que a metodologia aplicada para a obtenção do beta-tricálcio fosfato através do despolpamento de fibras de celulose e posteriormente a síntese da biocerâmica *In Situ* pelo procedimento de co-precipitação foi satisfatória, visto que os difratogramas das análises de DRX demonstraram que os picos das partículas obtidas foram compatíveis com a literatura, confirmando a síntese da biocerâmica desejada. Ademais, a partir da análise das imagens obtidas pelo MEV, conseguimos estimar o tamanho, conectividade e distribuição dos poros e confirmar que houve a formação de poros na amostra como era esperado. Com isso foram preparadas novas amostras contendo 15g de  $\beta$ -TCP nas proporções de 40% e 80% de massa de papel para testes em culturas celulares (crescimento de osteoblastos). Entretanto, as análises ainda não foram concluídas.

## AGRADECIMENTOS

Agradecimentos à Universidade Tecnológica Federal do Paraná do Campus Londrina, pelo apoio institucional que possibilitou pesquisas através dos laboratórios, matéria prima e abertura do projeto em conjunto ao CNPq pela bolsa concedida. Além disso, agradecer ao Laboratório Multiusuário do Campus Londrina da Universidade Tecnológica Federal do Paraná pelas análises realizadas e também aos docentes Dr. Luís Fernando Cabeça e Dr. Carlos Eduardo Cava, pelas orientações e todo suporte para o sucesso desta pesquisa.



## CONFLITO DE INTERESSE

“Não há conflito de interesse”

## REFERÊNCIAS

SILVA, Luana Patricia Bezerra et al. **Desenvolvimento de biomateriais porosos acoplados a sistema carreadores: ácido zoledrônico encapsulado em lipossomas.** 2022. Dissertação de Mestrado. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

DALLE MOLLE, Fernanda; MATTOS, Eduarda Alessi de. **Avaliação da regeneração óssea em enxertos sintéticos: uma revisão sistemática.** 2021. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade de Caxias do Sul.

FREITAS, Lucas Augusto de et al. **Síntese e caracterização de hidroxiapatita porosa com propriedades osteoativas.** 2020. Dissertação de Mestrado. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

VICENTE, Camille Chaves et al. **Filtro composto celulose/nanotubo de carbono para a remoção de contaminantes.** 2019. Dissertação de Mestrado. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

RAMAMOORTHY, Sunil Kumar; SKRIFVARS, Mikael; PERSSON, Anders. **A review of natural fibers used in biocomposites: Plant, animal and regenerated cellulose fibers.** Polymer reviews, v. 55, n. 1, p. 107-162, 2015.