

## SÍNTESE DE BETA FOSFATO TRICÁLCICO, POR REAÇÃO DE ESTADO SÓLIDO, PARA USO BIOMÉDICO

T. C. S. PEREIRA<sup>1</sup>, G. R. SANTOS<sup>1</sup> e G. A. FERNANDES<sup>1</sup>

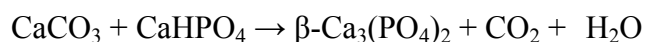
<sup>1</sup> Universidade Federal de Itajubá, Instituto de Engenharia Mecânica  
E-mail para contato: thaticsp\_ita@hotmail.com

**RESUMO** – O beta fosfato tricálcico ( $\beta$ -TCP) é uma cerâmica que apresenta uma composição química semelhante à composição do tecido ósseo, sendo por isso frequentemente empregado como biomaterial capaz de promover a ósteo-integração. O  $\beta$ -TCP pode ser sintetizado a partir de diferentes métodos e existem diversas variáveis em cada método, como por exemplo, a temperatura de calcinação. Neste trabalho escolheu-se o método por reação de estado sólido, por ser relativamente simples e por utilizar matérias-primas baratas. Os reagentes, carbonato de cálcio e fosfato bibásico de cálcio foram misturados em acetona e secados em uma estufa. Amostras dessa mistura foram sinterizadas a 950 e 1050°C. O  $\beta$ -TCP obtido foi então caracterizado pelos métodos de difração de raios X (DRX) e espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR). O FTIR mostrou a formação do fosfato e o desaparecimento do carbonato com o aumento da temperatura de sinterização. O DRX mostrou a formação das estruturas cristalinas presentes no  $\beta$ -TCP e confirmou a importância da sinterização, pelo aumento da cristalinidade com o aumento da temperatura. O método utilizado produziu o  $\beta$ -TCP com impurezas principalmente na amostra sinterizada a 950°C.

### 1. INTRODUÇÃO

O beta fosfato tricálcico ( $\beta$ -TCP), cuja fórmula química é  $\beta$ -Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, é uma cerâmica de fosfato de cálcio que vem recebendo grande destaque no ramo biomédico (Gouveia, 2008). O  $\beta$ -TCP é uma fase de temperatura alta e é a fase com maior probabilidade de resultados satisfatórios no desenvolvimento de implantes biocerâmicos dentre as três fases polimorfas do fosfato tricálcico ( $\beta$ ,  $\alpha$  e  $\alpha'$ ), pois possui melhor estabilidade química e resistência mecânica de acordo com Ryu *et al* (2002).

Apenas em temperaturas muito altas (superiores a 800°C), através da decomposição térmica de hidroxiapatita deficiente em cálcio, este material pode ser preparado. Ou então, o  $\beta$ -TCP pode ser sintetizado pela interação no estado sólido de ortofosfato de cálcio acidificado (Zavaglia, 2011) segundo a equação abaixo:



Não é possível formar-se o  $\beta$ -TCP por precipitação de soluções aquosas, e através da calcinação de ossos pode-se obter o  $\beta$ -TCP com íons substituídos (Zavaglia, 2011). Segundo Chow (1991) e Driessens *et al* (1997), o beta fosfato tricálcico também pode ser usado em

cimentos de fosfato de cálcio, materiais biocompatíveis com grandes aplicações na área biomédica e que endurecem ou pegam no sítio de implantação.

Ao ser combinado com hidroxiapatita, o  $\beta$ -TCP forma o BCP, um fosfato de cálcio bifásico. Assim como o  $\beta$ -TCP, o BCP é uma cerâmica muito usada na substituição de tecidos ósseos. O beta fosfato tricálcico também pode ser utilizado, em pequenas quantidades, em complexos vitamínicos e como agente de polimento em cremes dentais (Dorozhki, 2009).

## **2. METODOLOGIA**

O beta fosfato tricálcico foi obtido através da mistura a úmido de carbonato de cálcio (0,35 mol) e fosfato bibásico de cálcio (0,70 mol), utilizando-se acetona como solvente.

A mistura foi realizada manualmente, por 30 minutos e, posteriormente, deixou-se a solução descansar por cerca de 24 h. O precipitado foi seco em uma estufa por três horas a 80°C.

O pó obtido de beta-TCP foi desaglomerado em um almofariz de ágata e dividido em duas frações, que em seguida foram calcinadas em duas temperaturas diferentes (950°C e 1050°C), durante seis horas.

As frações do material foram então submetidas à análise por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e difração de raios X (DRX). Este último método identificou as fases cristalinas do beta-TCP. A análise foi conduzida a temperatura ambiente em um equipamento Shimadzu XRD-6000 a 40 kV e 30 mA e com um comprimento de onda  $\lambda$   $\text{CuK}\alpha = 0.154$  nm. As amostras em forma de pó foram analisadas em um intervalo de varredura de  $2\theta$  entre 20 e 80 graus a uma taxa de 1,2°/min.

## **3. RESULTADOS E DISCUSSÕES**

### **3.1 Resultados dos ensaios de FTIR**

A partir dos espectros de absorção no infravermelho obtidos para as amostras de beta-TCP calcinada a 950°C (Figura 1) e 1050°C (Figura 2), é possível verificar a presença de impurezas.

Os picos em torno de 963, 1024 e 1087  $\text{cm}^{-1}$ , representam o grupamento  $\text{PO}_4^{-3}$ , que ficam mais evidentes com a sinterização; a banda em 3576  $\text{cm}^{-1}$  representa o grupamento  $\text{OH}^-$ . Os espectros também mostram grande quantidade de  $\text{CO}_3^{-2}$  em 1411  $\text{cm}^{-1}$ , que diminui com o aumento da temperatura de calcinação.

Figura 1 – Espectro da amostra de beta-TCP calcinado a 950°C.

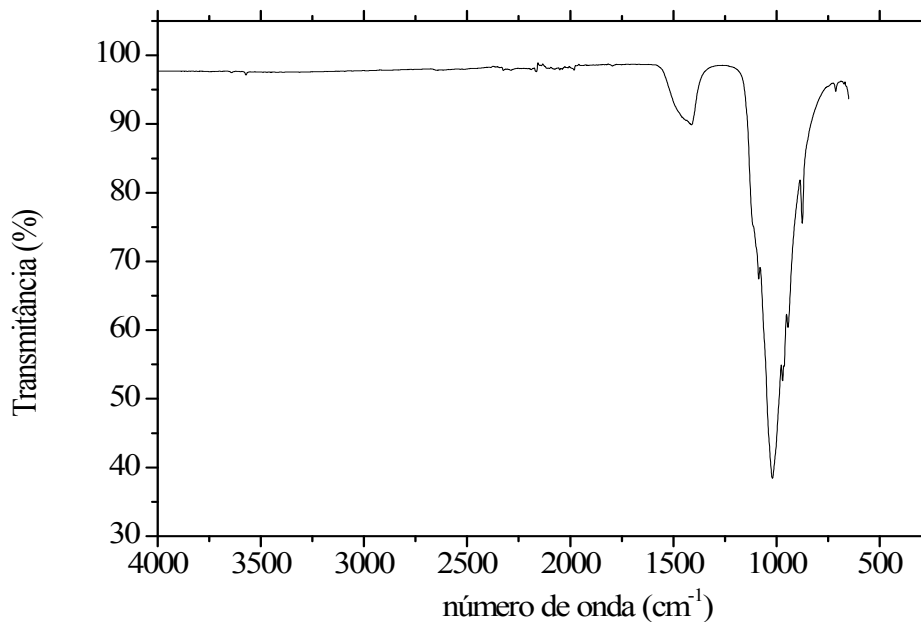
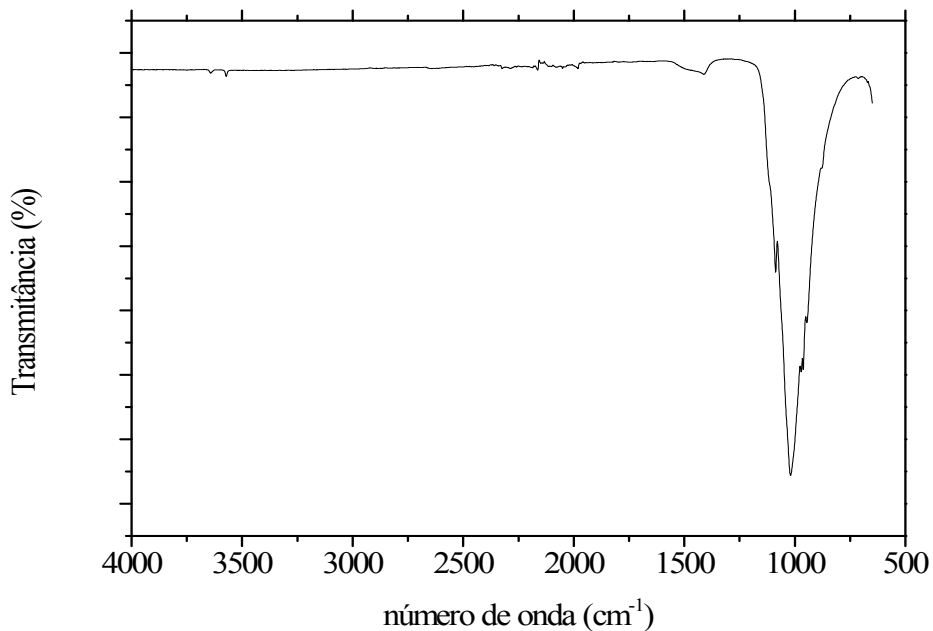


Figura 2 – Espectro da amostra de beta-TCP calcinado a 1050°C.



### 3.2 Resultados dos ensaios de DRX

Os difratogramas de raios-X do beta-TCP calcinados em diferentes temperaturas, são mostrados nas Figuras 3 e 4.

Figura 3 – Difratograma da amostra de beta-TCP calcinado a 950°C.

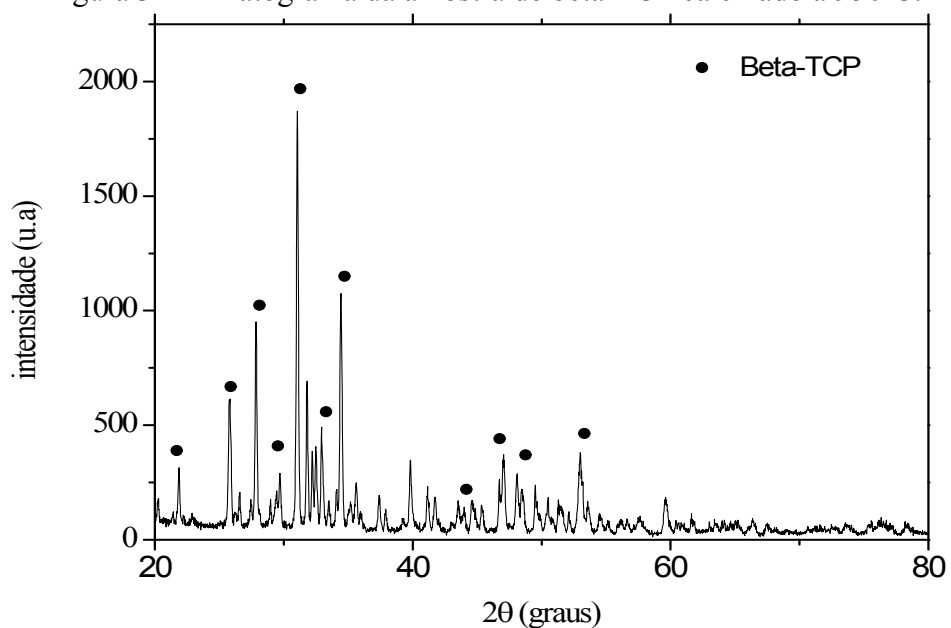
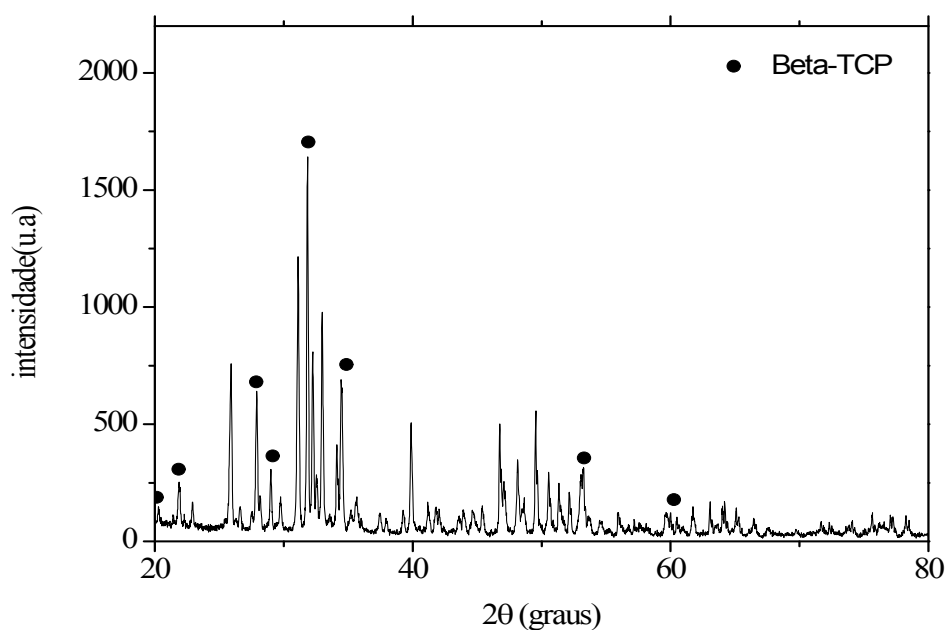


Figura 4 – Difratograma da amostra de beta-TCP calcinado a 1050°C



Pelos difratogramas obtidos (Figura 3 e Figura 4) é possível ver a presença de outras fases além da fase do beta-TCP.

#### 4. CONCLUSÃO

A síntese de  $\beta$ -TCP pelo método utilizado deu origem a um pó com impurezas, devido à presença de carbonato identificado nos espectros de infravermelho. Isso pode ser devido a ineficiência da mistura manual ou em função da temperatura de 950°C ser baixa demais para a síntese do biomaterial, já que a sinterização na temperatura de 1050°C produziu um biomaterial mais puro devido a considerável diminuição da banda, correspondente ao carbonato, no espectro de infravermelho e o aumento da cristalinidade indicado pelos ensaios de DRX.

#### 5. REFERÊNCIAS

- CHOW, L. C.; Development of self-setting calcium phosphate cements. *J. Ceram. Soc. Jap.*, v. 99 (10), p. 954-964, 1991.
- DOROZHKI, S. V. Calcium orthophosphates in nature, biology and medicine. *Materials*, v. 2 p. 399-498, 2009.
- DRIESSENS, F. C. M.; FERNANDEZ, E.; GINEBRA, M. P.; BOLTONG, M. G.; PLANELL, J. A.; Calcium phosphates and ceramic bone cements vs. acrylic cements. *Anal. Quim. Int. Ed.*, v. 93, p. S38-S43, 1997.
- GOUVEIA, D. S.; *Obtenção de Pós Nanométricos de Hidroxiapatita Sintetizados com Magnésio Utilizando Ultra-Som*. Tese de Doutorado – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo. 2008.
- RYU, H. S.; YOUN, H. J.; HONG, K. S.; CHANG, B. S.; LEE, C. K.; CHUNG, S. S. An Improvement in Sintering Property of  $\beta$ -tricalcium Phosphate by Addition of Calcium Pyrophosphate. *Biomaterials*, v.23, p. 909-914, 2002.
- ZAVAGLIA, F. C.; *Síntese, Caracterização e Processamento de Beta Fosfato Tricálcico para Manufatura de Implantes Personalizados*. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Estadual de Campinas, Campinas. 2011.