



VI CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA
VI NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING
18 a 21 de agosto de 2010 – Campina Grande – Paraíba - Brasil
August 18 – 21, 2010 – Campina Grande – Paraíba – Brazil

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DE PÓS DE HIDROXIAPATITA PREPARADOS EM DIFERENTES CONCENTRAÇÃO MOLAR

Sara Verusca de Oliveira, saraveruscadeoliveira@yahoo.com.br¹
Shirley Nóbrega Cavalcanti, shirleynobrega@yahoo.com.br¹
Elaine Patrícia Araújo, elainepatriciaaraujo@yahoo.com.br¹
Edcleide Maria Araújo, edcleide@dema.ufcg.edu.br¹
Marcus Vinicius Lia Fook, marcusvinicius@dema.ufcg.edu.br¹

¹Universidade Federal de Campina Grande- UFCG, Depto. De Engenharia de Materiais da UFCG, Av, Aprígio Veloso, 882, CEP 58429-900, Campina Grande-PB,

***Resumo:** Hidroxiapatita é uma cerâmica de fosfato de cálcio com relação atômica 1,67, muito usada na área biomédica em preenchimento de cavidades ósseas. A aplicação de materiais cerâmicos nos últimos anos evoluiu bastante no sentido de melhorar a qualidade de vida dos seres humanos. Os materiais biocerâmicos são produzidos em formas e fases variadas. Os fosfatos de cálcio podem ser obtidos através de várias rotas de síntese química relatadas na literatura. Além da composição química e do nível de pureza do pó, características físicas, como o tamanho de partículas e a distribuição, devem ser controladas, pois afetam tanto o processamento quanto as propriedades finais dos materiais. A presente pesquisa tem a finalidade de caracterizar por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microanálise por raios-X (EDS) os pós de hidroxiapatita preparados nas concentrações 1 molar, 3 molar e 5 molar. Os pós de hidroxiapatita foram obtidos por meio de uma reação de neutralização. A análise microestrutural permite entender as correlações: microestrutura, defeitos, propriedades. Por meio da microanálise por raios-X podem-se identificar os elementos químicos presentes nas amostras através do espectro de raios-X emitido pela amostra. Os resultados desse estudo mostram uma morfologia formada por finas partículas indicando haver uma única fase na composição do fosfato de cálcio obtido na concentração 1 molar. Já para o fosfato na concentração 3 molar e 5 molar apresentaram uma varredura morfológica irregular proveniente de uma combinação de fases onde as partículas precipitam e se agrupam em forma de aglomerados. A microanálise por raios-X confirmou a presença de Ca, P e O. Então se considera que as amostras que apresentam partículas diferentes resultam em uma combinação de fases onde se têm presença dos elementos químicos Ca, P e O.*

***Palavras-chave:** Biocerâmica, Microscopia Eletrônica de Varredura, Hidroxiapatita*

1. INTRODUÇÃO

Os biomateriais podem ser sintéticos ou materiais naturais modificados. Os materiais sintéticos podem ser biometais, biopolímeros, biocerâmicas, biovidros e biocompósitos. Conforme a aplicação e as características requeridas do material, pode-se optar por um ou outro tipo de material, ou ainda pela utilização conjugada de mais de um deles (Kawachi et al., 2000; Ratner et al., 1996).

A importância dos biomateriais no mundo pode ser estimada através da grande expansão do mercado dos biomateriais. De acordo com a World Health Organization, há mais de 150 doenças e síndromes relacionadas a problemas musculares e esqueléticos. Em 2004 o mercado mundial de produtos utilizados no tratamento destes problemas foi da ordem de 20 bilhões de dólares, com um crescimento anual de 14% somente nos Estados Unidos (BIOMET, 2004). Na América Latina, o mercado de dispositivos ortopédico é estimado em 200 milhões de dólares anuais, sendo liderado pelo Brasil, com 70 milhões de dólares anuais (MRG, 2004).

A cada ano, são desenvolvidos novos biomateriais, com o intuito de oferecer outras opções de tratamento para diversas enfermidades. Em decorrência deste desenvolvimento, o conceito de biomateriais evoluiu, de modo que a grande maioria dos novos biomateriais é utilizada para regeneração tecidual. Sendo os materiais bioativos classificados como materiais para regeneração tecidual por serem aqueles que, quando implantados, têm a capacidade de induzir a formação de tecido sadio em locais onde a reparação natural seria impraticável ou dificultada (Román & Reis, 2004).

Na hidroxiapatita, o grupo fosfato (PO_4^{3-}) e o grupo hidroxila (OH), juntamente com o cálcio, distribuem-se espacialmente segundo um arranjo em forma hexagonal, pertencente ao grupo espacial $\text{P6}_3/\text{m}$. Uma das características estruturais interessantes da HAp, é que ela permite que os grupos OH sejam retirados com relativa facilidade, gerando

canais vazios entre os hexágonos, formados pelos íons de cálcio, por onde podem ser conduzidos, para dentro da estrutura do material cerâmico, outros íons e moléculas(MA et al,1993).

2. MATERIAIS E MÉTODO

2.1. Materiais

Os reagentes utilizados nesta pesquisa foram:

- Hidróxido de cálcio PA – Ca(OH)_2 fornecido pela Vetec.
- Ácido fosfórico PA – H_3PO_4 fornecido pela Reagentes Analíticos Dinâmica.

O solvente utilizado foi água deionizada, obtida através de deionizador Permuton.

2.2. Método

Para a obtenção dos pós de fosfato de cálcio de relação Ca/P 1,67 que corresponde a hidroxiapatita, foi realizado um processo de obtenção via úmida envolvendo uma reação ácido-base denominada neutralização entre as soluções de ácido fosfórico e hidróxido de cálcio com concentrações (1 molar, 3 molar e 5 molar). A solução ácida (1M) foi adicionada com controle de vazão à solução alcalina (1M), previamente aquecida à temperatura de $\pm 80^\circ\text{C}$, sob constante agitação magnética. Após a completa adição da solução de ácido fosfórico, o produto obtido permanece por um período de ± 50 minutos, sob agitação magnética à temperatura de 100°C , para atingir a viscosidade desejada. Atingida a viscosidade desejada, foi obtida uma pasta viscosa de fosfato de cálcio e esta foi levada para a estufa a 110°C , por 24 horas. Logo após as amostras foram sinterizadas em forno convencional a 900°C . Em seguida, o material seco foi passado em peneira de malha $200\ \mu\text{m}$ e caracterizadas pelas técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microanálise por raios-X (EDS).

2.2.1. Microscopia Eletrônica de Varredura

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um dos equipamentos mais versáteis usado na caracterização dos objetos sólidos, sendo capaz de produzir imagens de alta ampliação (até $300.000\times$) e resolução.

Para análise microestrutural da topografia da superfície das amostras de fosfato de cálcio de relação Ca/P 1,67 foram obtidas imagens topográficas por microscopia eletrônica de varredura. Utilizando um equipamento modelo XL-30-ESEM marca Philips, localizado no Laboratório Institucional de Microscopia Eletrônica de Varredura (LIMEV) da UFRN.

2.2.2. Microanálise por raios-X

A microanálise por raios-X é uma técnica baseada na fluorescência de raios-X por excitação eletrônica, utilizada em microscópios eletrônicos de transmissão e principalmente de varredura, destinada a análises qualitativas e quantitativas de amostras.

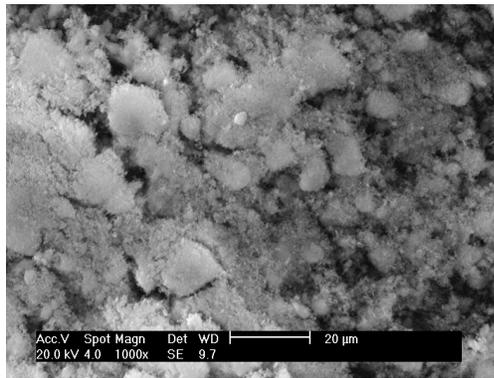
Por meio da microanálise por raios-X, realizada no microscópio eletrônico de varredura, pode-se identificar os elementos químicos presentes nas amostras de fosfato de cálcio, através do espectro de raios-X emitido pela amostra.

Neste trabalho a análise química foi realizada no equipamento fabricado pela Philips, modelo XL-30-ESEM, acoplado com sistema para microanálise por raios-X com detector do tipo EDS, instalado no Laboratório Institucional de Microscopia Eletrônica de Varredura (LIMEV) da UFRN.

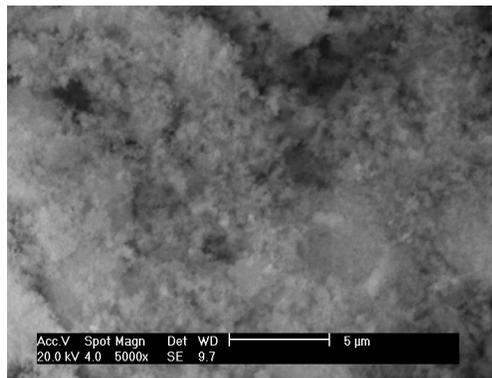
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A caracterização morfológica dos pós de fosfato de cálcio obtidos por via úmida foi realizada utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura pelo método de elétrons secundário (SE), segue abaixo os resultados obtidos nesta pesquisa.

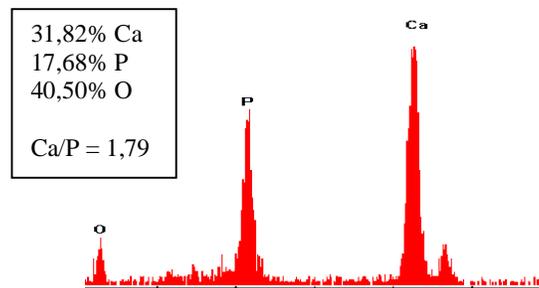
A Figura 1 mostra os MEV e o EDS da amostra Ca/P 1,67, obtida a 1 molar .



(a)



(b)

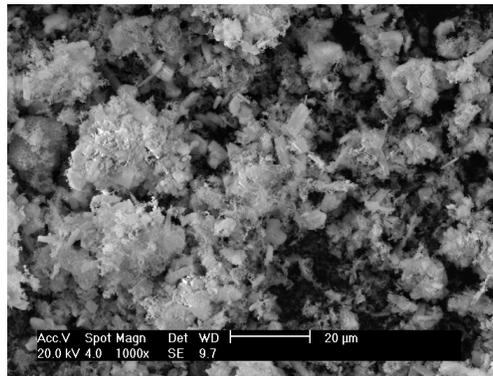


(c)

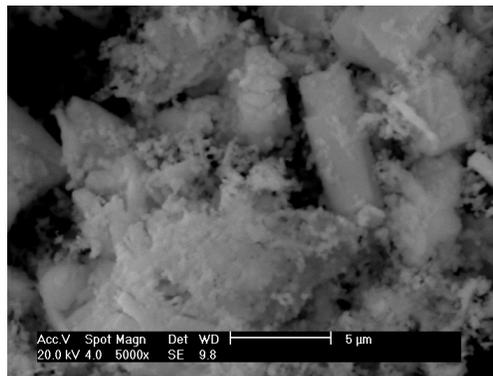
Figura 1: Micrografias referente a amostra 167CTT1M (a) aumento de 1000x; (b) aumento de 5000x e (c) EDS referente ao aumento de 5000x.

Os resultados desse estudo mostraram claramente (Figura 1, (a) e (b)), que a amostra 167CTT1M apresenta uma morfologia formada por aglomerados de finas partículas nanométricas indicando haver uma única fase na composição do fosfato de cálcio. Mantendo o mesmo resultado da amostra que não foi submetida a tratamento térmico. O EDS mostrado na Figura 1 (c), referente a amostra 167CTT1M, mostra picos que garantem a presença de Ca, P e O na amostra. A percentagem atômica de Ca, P e O foram de 31,82, 17,68 e 40,50 respectivamente fornecendo uma razão Ca/P de 1,79.

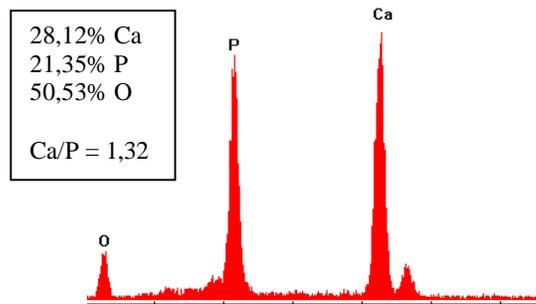
A Figura 2 (a) e (b) mostram a morfologia da amostra 167CTT3M preparada com Ca/P 1,67 a 3 molar.



(a)



(b)

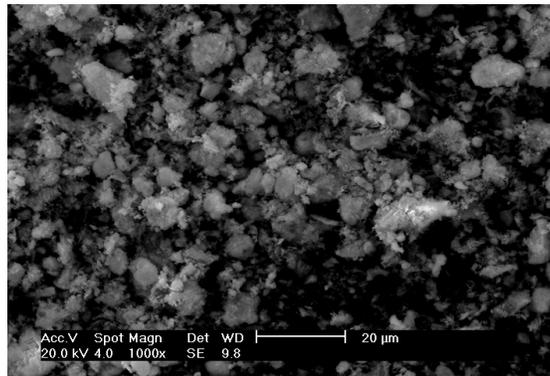


(c)

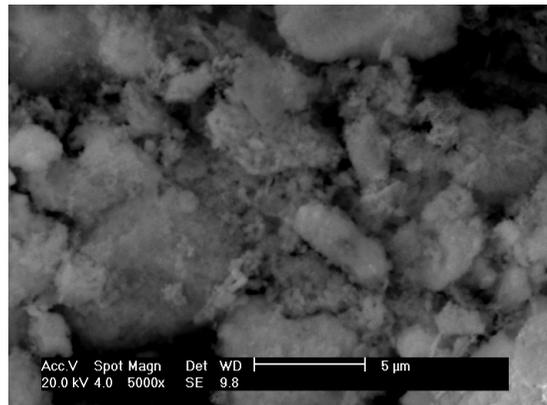
Figura 2: Micrografias referente a amostra 167CTT3M (a) aumento de 1000x; (b) aumento de 5000x e (c) EDS referente ao aumento de 5000x.

Verifica-se que nos resultados desse estudo (Figura 2, (a) e (b)), para o caso da amostra 167CTT3M uma varredura morfológica irregular proveniente de uma combinação de fases onde as partículas nanométricas precipitam e se agrupam em forma de aglomerados. No EDS (Figura 2, (c)) aparecem picos característicos dos elementos Ca, P e O. Com o percentual atômico igual a 28,12 de Ca, 21,35 de P e 50,53 de O, fornecendo uma média relativa Ca/P 1,32.

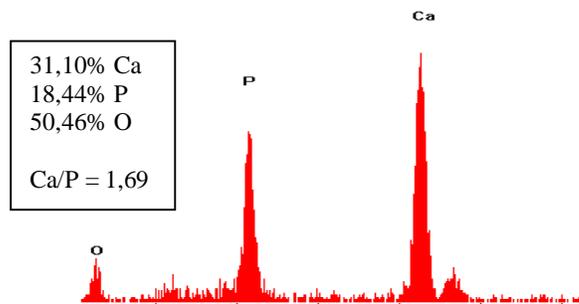
A Figura 3 apresenta os resultados da amostra 167CTT5M que foi submetida a tratamento térmico e preparada com Ca/P 1,67 a 5 molar.



(a)



(b)



(c)

Figura 3: Micrografias referente a amostra 167CTT5M (a) aumento de 1000x; (b) aumento de 5000x e (c) EDS referente ao aumento de 5000x.

O resultado da amostra 167CTT5M apresentado nas micrografias da Figura 3 (a) e (b) é semelhante ao da amostra 167CTT3M aparecem na superfície do material cerâmico partícula com formas irregulares agrupando-se na forma de aglomerados. O resultado da análise qualitativa elemental por EDS, apresenta picos referentes ao Ca, P e O, e o percentual de cada elemento registrado para a amostra 167CTT5M é 31,10 para o Ca, 18,44 para o P e 50,46 para o O, com média relativa Ca/P igual a 1,69.

A influência da molaridade nas amostras preparadas com Ca/P 1,67 em diferentes concentrações (1M, 3M, 5M) que foram submetidas a tratamento térmico provavelmente demonstram que o aumento da concentração molar nas soluções de partida induz formação de nova fase no material cerâmico resultando em uma combinação de fases.

4. CONCLUSÃO

As amostras submetidas tratamento térmico e preparadas Ca/P 1,67 (3M e 5M) resultou em uma combinação de fases, as amostras Ca/P 1,67 (1M) evidenciaram a formação de hidroxiapatita monofásica.

As micrografias para as amostras preparadas Ca/P 1,67 que apresentaram combinação de fases resultaram em partículas com diferentes morfologias e a monofásica finas partículas nanométricas, ambas se agruparam em forma de aglomerados. O EDS confirmou a presença de Ca, P e O.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores são gratos ao PPG-CEMat da UFCG, ao 6º CONEM, a Capes e ao Cnpq pelo suporte financeiro.

6. REFERÊNCIAS

- BIOMET, 2004, Biomet Annual Report. Biomet Inc., Warsaw, Indiana, USA.
- Kawachi, E.Y., Bertran, C.A., Reis, R.R., Alves, O.L., 2000, Biocerâmicas: Tendências e Perspectivas de uma Área Interdisciplinar. Química Nova. v.4, n.23, p.518.
- Ma, Q.Y., Traina, S.J., Logan, T.J., Ryan, J.A., 1993, In situ lead immobilization by Apatite. **Environ. Sci. Technol.** v 27, n.43, p. 1803-1810.
- MRG, 2004, Latin America market for orthopedic devices, Millenium Research Group, Toronto, Canadá.
- Ratner, B.D., Hoffman, A.S., Schoen, F.J., Lemons, J.E., 1996, Biomaterials science: an introduction to materials in medicine, ACADEMIC PRESS, San Diego, p. 68.
- Román, S.J., Reis R., 2004, Biodegradable systems in medica functions: desing, processing, testing and applications. 1ª ed. Editora CRC:Boca Ratón.

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

SCANNING ELECTRON MICROSCOPY OF POST HYDROXIAPATITE PREPARED IN DIFFERENT MOLAR CONCENTRATION

Sara Verusca de Oliveira, saraveruscadeoliveira@yahoo.com.br¹
Shirley Nóbrega Cavalcanti, shirleynobrega@yahoo.com.br¹
Elaine Patrícia Araújo, elainepatriciaaraujo@yahoo.com.br¹
Edcleide Maria Araújo, edcleide@dema.ufcg.edu.br¹
Marcus Vinicius Lia Fook, marcusvinicius@dema.ufcg.edu.br¹

¹University Federal of Campina Grande- UFCG, Dept. Materials Engineering of the UFCG, Av, Aprígio Veloso, 882, CEP 58429-900, Campina Grande-PB,

Resumo: Hidroxiapatite is a ceramic calcium phosphate with 1.67 atomic ratio, widely used in biomedical in filling bone cavities. The application of ceramic materials in recent years has evolved significantly in order to improve the quality of life of human beings. Bioceramic materials are produced in various forms and stages. The calcium phosphate can be obtained through various routes of chemical synthesis reported in the literature. Besides the chemical composition and level of purity of the powder, physical characteristics such as particle size and distribution should be controlled, since they affect both the process and the final properties of materials. This research aims to characterize by scanning electron microscopy (SEM) and microanalysis by X-ray (EDS) of hydroxyapatite powders prepared at concentrations of 1 molar, 3 molar and 5 molar. The hydroxyapatite powders were obtained by a neutralization reaction. The microstructural analysis to understand the correlations: microstructure, defects, properties. Through microanalysis by X-ray can identify the chemical elements present in the samples across the spectrum of X-rays emitted by the sample. The results of this study show a morphology consisting of fine particles suggesting a single phase in the composition of calcium phosphate obtained in the concentration 1 molar. As for the phosphate concentration in the 3rd molar and 5 molar presented an irregular morphology scan from a combination of phases where the particles precipitate and are grouped in a cluster. Microanalysis by X-ray confirmed the presence of Ca, P and O. So it is considered that the samples with different particles result in a combination phases which have the presence of chemical elements Ca, P and O.

Palavras-chave: Bioceramic, Scanning electron Microscopy, Hidroxiapatite