

CARACTERIZAÇÃO DO CIMENTO DE FOSFATO DE CÁLCIO PARA USO ODONTOLÓGICO

C. M. B. Barros^{1*}, S. V. Oliveira¹, M. C. Silva¹, J. B. Marques¹, M. V. L. Fook
Universidade Federal de Campina Grande – UFCG – Campina Grande-Pb
Depto de Engenharia de Materiais, Avenida Aprígio Veloso, 882, CEP 58109-970,
Campina Grande.

1* Rua João Silva Pimentel, 407, Bairro Conceição, CEP 58101- 408,
Campina Grande - PB

1* criseuda@uol.com.br

RESUMO

Os fosfatos de cálcio despertam grande interesse biológico e médico devido a sua ocorrência em diferentes espécies animais e no homem. Materiais cerâmicos à base de fosfatos cálcio, na forma de implantes porosos ou materiais particulados, vêm demonstrando ser adequados para recolocações de tecidos ósseos quando estes estão submetidos apenas a pequenas solicitações mecânicas. Foi obtido no laboratório de pesquisa do DEMA da UFCG um fosfato de cálcio monofásico. O objetivo é caracterizar o material por difração de raios-X (DRX) com a finalidade de analisar quais as fases presentes e espectroscopia no infravermelho (FTIR), para identificar as bandas de absorção do tipo ligação característica. Por DRX foi identificado que a fase presente na amostra é a hidroxiapatita de Ca/P 1,67. Na espectroscopia de infravermelho tem-se bandas de absorção característica do grupo fosfato na região 1032 cm⁻¹.

Palavras – chaves: Difração de raios X, Hidroxiapatita, Fosfato de cálcio.

INTRODUÇÃO

Os fosfatos de cálcio, por serem os principais constituintes da fase inorgânica do osso, têm sido muito estudados. Suas características químicas e estruturais possibilitam seu uso na área médica como material biocompatível em implantes e próteses. Na ortopedia existe um particular interesse em usá-la como revestimento de próteses metálicas para promover a ligação interfacial estável entre o material implantado e o tecido vivo. No tratamento de tumores, esse biomaterial vem sendo usado como suporte de ação prolongada. A introdução de drogas anticancerígenas em blocos de hidroxiapatita porosa permite que o tratamento da doença seja realizado com a liberação gradual da droga no organismo. Na área odontológica a hidroxiapatita é muito utilizada para evitar perda óssea após extração de um ou vários elementos dentários, como também, recuperação de áreas com reabsorção ósseas. As aplicações da hidroxiapatita estendem-

se desde a ortopedia e traumatologia; traumatismos raquimedulares e coluna cervical; tumores músculo-esquelético, entre outras aplicações e na odontologia, nos casos de doenças periodontais, para correções buco-maxilo-faciais, implantes dentários, preenchimento de cavidades císticas ou mesmo aumentos de rebordo alveolar, além de outras aplicações. O Quadro 1 traz exemplos da hidroxiapatita e suas principais aplicações ⁽¹⁾.

Quadro 1: Formas de utilização da hidroxiapatita usada em medicina e odontologia.

USOS	FORMAS
Matriz ou suporte para crescimento ósseo	Grãos, porosa
Osso artificial	Grãos, densa, porosa
Cimento ósseo	Pó com PMMA
Articulações artificiais	Metal recoberto com HAp
Próteses vasculares e traqueais	Porosa ou densa
Terminais pericutâneos	Densa
Sistema de liberação densa	Densa ou pó

Fonte: Costa et al, 2009.

Materiais cerâmicos à base de fosfatos cálcio, na forma de implantes porosos ou materiais particulados, vêm demonstrando ser adequados para recolocações de tecidos ósseos quando estes estão submetidos apenas a pequenas solicitações mecânicas. Estes materiais quando se degradam formam sais de cálcio e fosfato, sendo muito utilizados para o preenchimento de cavidades ósseas, como cimentos ⁽²⁾.

Os cimentos de fosfato de cálcio são misturas de pó de fosfato de cálcio e fosfato de sódio em meio líquido, formando assim uma pasta que espontaneamente endurece a temperatura ambiente ou corpórea ^(3, 4).

Os biocimentos nanoestruturados formados pela relação Ca/P, os fosfatos de cálcio, são promissores em aplicações cirúrgicas maxilofacial e na fixação de implantes, também como elemento matricial na eliminação de defeitos e na reparação e reconstrução de tecidos ósseos ⁽⁵⁾. Os cimentos nanoestruturados em fosfato de cálcio apresentam área elevada, o que favorece a molhabilidade, a hidratação, assim acelerando o tempo de endurecimento do biomaterial.

No entanto, o objetivo desse trabalho foi caracterizar o fosfato de cálcio para posterior incorporação deste em um cimento endodôntico a base de silicato de cálcio.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

- Hidróxido de cálcio PA fornecido pela Vetec.
- Ácido fosfórico PA fornecido pela Vetec.

Métodos

Obtenção do fosfato de cálcio

Para se produzir o fosfato de cálcio foi realizado um processo de obtenção via úmida envolvendo uma reação ácido-base denominada neutralização entre as soluções de ácido fosfórico PA e hidróxido de cálcio PA com concentrações 1 molar. A solução ácida foi adicionada com controle de vazão à solução alcalina, 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. Em seguida, o material seco foi passado em peneira de malha 200 mesh e tratado termicamente a uma temperatura de 1350°C .

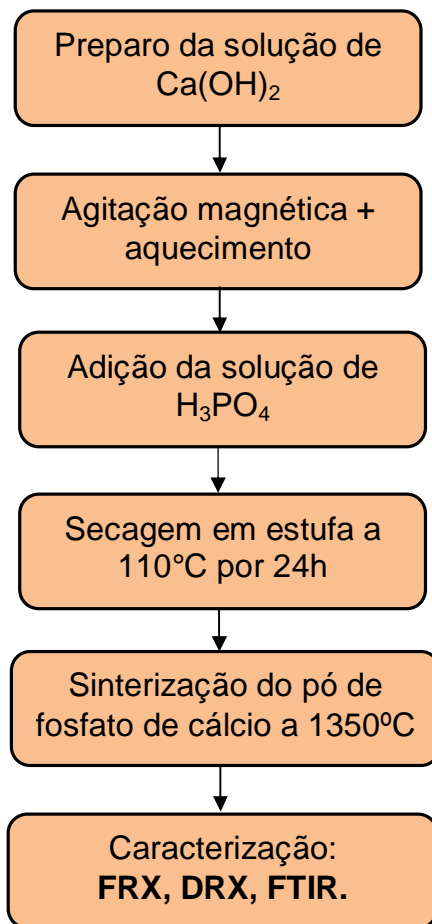


Figura 1: Fluxograma da obtenção do fosfato de cálcio.

Fluorescência de raios X (FRX)

As análises químicas do fosfato de cálcio foi realizada por fluorescência de raios-X pelo método semiquantitativo, em forma de pó, sob atmosfera de nitrogênio. O equipamento utilizado será o modelo EDX 700 da marca SHIMADZU pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais/ CCT/UFCG. Esta técnica foi utilizada para verificar as fases majoritárias presente na amostra.

Difração de raios X (DRX)

A análise de DRX foi conduzida em aparelho XRD-6000 Shimadzu, utilizando-se radiação $\text{K}\alpha$ do cobre, tensão de 40KV, corrente de 30mA, varredura entre 2θ de 2° a 30° e velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$. Esta análise foi realizada no Laboratório de Engenharia de Materiais/ CCT/UFCG.

Espectroscopia de infravermelho (FTIR)

A análise de FTIR do fosfato de cálcio foi realizada em um espectrômetro de infravermelho de marca AVATAR TM 360ESP Nicolet e com varredura de 4000 a 400 cm^{-1} pertencente ao Laboratório de Engenharia de Materiais/CCT/UFCG. Esta técnica foi utilizada para identificar a presença da banda características do fosfato de calcio.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através da fluorescência de raios-X foi possível obter dados semiquantitativos da composição elementar do fosfato de cálcio experimental. A Tabela 1 mostra a composição química % em peso de óxidos normalizados a 100%.

Tabela 1: Análise química por fluorescência de raios X do fosfato de cálcio denominado hidroxiapatita Ca/P 1,67.

Componentes encontrados	Teor na amostra de hidroxiapatita (%)
CaO	53,349
P ₂ O ₅	41,138
SiO ₂	4,032
SO ₃	1,404
Fe ₂ O ₃	0,037
Cr ₂ O ₃	0,021
SrO	0,019

Observa-se (Tabela 1) que o fosfato de cálcio experimental apresenta composições características de um cimento ósseo. Pode-se verificar a presença de elementos específicos de cimento a base de fosfato de cálcio como cálcio (CaO) e fosfato (P₂O₅) na sua fase majoritária.

Foi possível perceber a presença de óxidos acessórios, enxofre (SO₃), ferro (Fe₂O₃), cromo (Cr₂O₃) e estrôncio (SrO), que são normalizados estequiometricamente.

O método de difratometria de raios X foi realizado para identificar a fase do fosfato de cálcio presente na amostra. O difratograma apresentado foi comparado com o padrão do banco de dados do JCPDS.

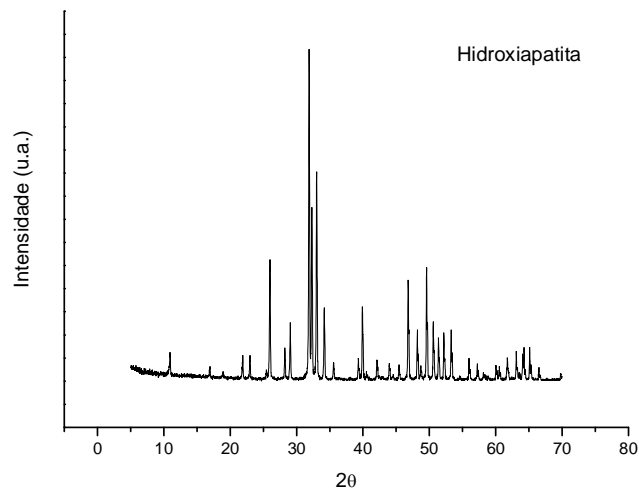


Figura 2: Difratoograma de DRX do fosfato de cálcio experimental.

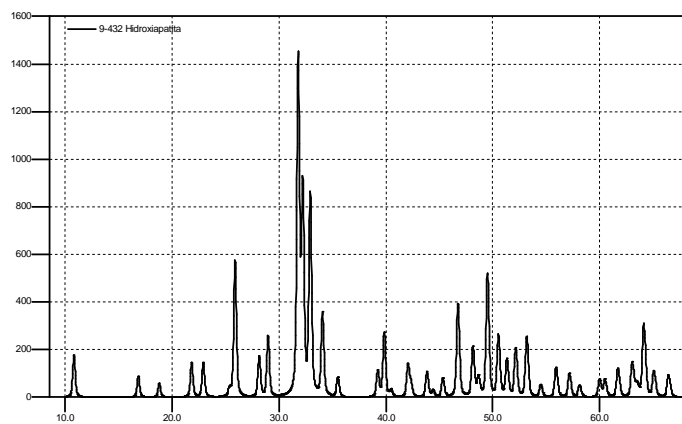


Figura 3: Ficha padrão do banco de dados JCPDS da hidroxiapatita.

Por meio da comparação com as fichas padrão do programa JCPDS, foi possível identificar a presença de uma fase cristalina do fosfato de cálcio conhecido como Hidroxiapatita.

Estes resultados estão de acordo com pesquisas realizadas por Oliveira (2009)⁽⁶⁾ e Fook (2007)⁽⁷⁾.

A análise por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi realizada para verificar a eficácia do processo de obtenção do pó de fosfato de cálcio identificando sua banda característica.

A análise dos espectros na região do infravermelho é uma ferramenta importante para uma avaliação qualitativa da presença de grupos inorgânicos e orgânicos.

A Figura 4 apresenta os espectros de infravermelho com transformada de Fourier da amostra do fosfato de cálcio.

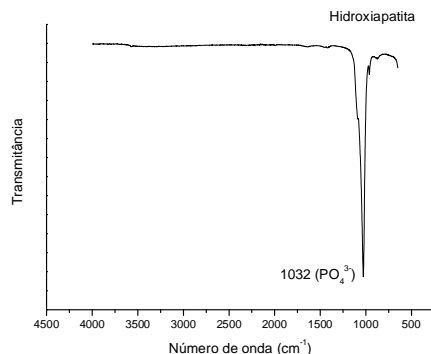


Figura 4: FTIR do fosfato de cálcio hidroxiapatita.

A Figura 4 referente a amostra de fosfato de cálcio aquecido a 1350 °C e resfriada bruscamente, apresenta banda de absorção característica do grupo fosfato na região 1032 cm⁻¹.

CONCLUSÕES

Verificou por fluorescência de raios X que o fosfato de cálcio experimental apresentam cálcio (CaO) e fosfato (P₂O₅) na sua fase majoritária. Por meio do DRX foi verificado que a fase presente na amostra de fosfato de cálcio é hidroxiapatita. Por FTIR percebe-se que a amostra apresenta banda de absorção característica do grupo fosfato na região 1032 cm⁻¹.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao programa de pós-graduação de ciências e engenharia de pelo apoio financeiro e ao 55º Congresso Brasileiro de Cerâmica.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. COSTA, A. C. F. M.; LIMA, M. G.; LIMA, L. H. M. A.; CORDEIRO, V. V.; VIANA, K. M. S.; SOUZA, V.; LIRA, H. L. Hidroxiapatita: Obtenção, caracterização e aplicações. *REMAP*, vol. 4, nº 3, p. 29-38, 2009.

2. ELLIOTT, J. C. **Structure and chemistry of the apatites and other calcium orthophosphates**. Amsterdam: Elsevier, p.389, 1994.
3. CAMARGO, N. H. A.; SOARES, C.; GEMELLI, E. Síntese e Caracterização de Biocimentos Nanoestruturados para Aplicações Cirúrgicas Ortopédicas-Odontológicas. **50º Congresso Brasileiro de Cerâmica**, 22 a 25 maio, Blumenau-SC, 2006. p. 1-14.
4. OREFFO, R. O. C.; DRIESSENS, F. C. M.; PLANELL, J. A.; TRIFFITT, J. T. Growth and differentiation of human bone marrow osteoprogenitor on novel calcium phosphate cements. **Biomaterials**, v.19, p. 1845-1854, 1998.
- 5 SOARES, C.; **Síntese e Caracterização de Biocimentos Nanoestruturados para Aplicações Biomédicas**. p.91, Dissertação de Mestrado – UDESC/Joinville. 2006.
- 6 OLIVEIRA, S. V.; **Caracterização Química e Morfológica dos Fosfatos de Cálcio - CPP, HAp e TeCP**. p.60, Dissertação (Mestrado em Ciências Engenheiras de Materiais). Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2009.
7. FOOK, A. C. M. B.; **Desenvolvimento de Biocerâmicas porosos para regeneração óssea**. p.80, Dissertação (Mestrado em Ciências Engenheiras de Materiais). Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2007.

CHARACTERIZATION OF CEMENT CALCIUM PHOSPHATE FOR USE DENTAL

ABSTRACT

Calcium phosphates are interesting biological and medical attention due to its occurrence in different animal species and humans. Ceramics based on calcium phosphate in the form of implants or porous particulate materials, have proven to be suitable replacements for bone tissue when they are only subjected to small mechanical stresses. Was obtained research laboratory DEMA/UFCG a calcium phosphate phase. The goal is to characterize the material by X-ray diffraction (XRD) in order to analyze what the phases and infrared spectroscopy (FTIR) to identify the absorption bands of the bonding characteristic. Was identified by XRD phase present in the sample is hydroxyapatite Ca/P 1.67. In infrared spectroscopy has absorption bands characteristic of the phosphate group at 1032 cm⁻¹ region.

Keywords: X-ray diffraction, Hydroxyapatite, Calcium phosphates.