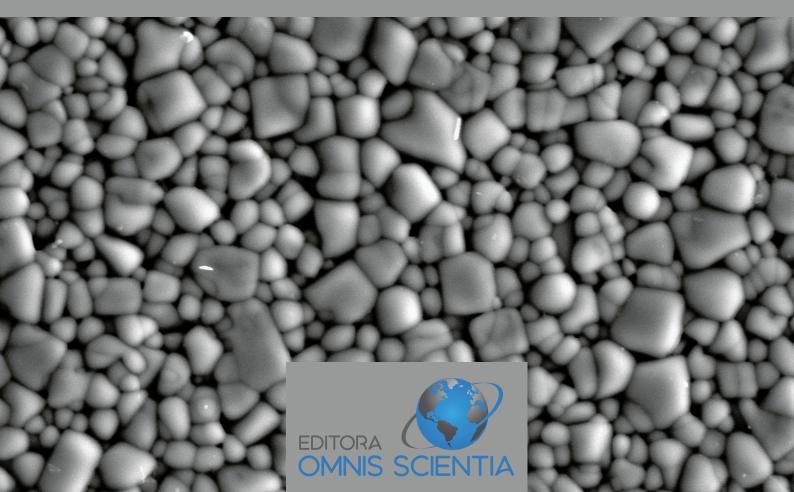
# ANÁLISE E DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS:

# NOVAS PERSPECTIVAS

## **Organizadores:**

Aluska do Nascimento Simões Braga Geysivana Késsya Garcia Carvalho Hitalo de Jesus Bezerra da Silva José Rosa de Souza Farias Valdeci Bosco dos Santos Veruska do Nascimento Simões Ycaro Breno Alves de Almeida





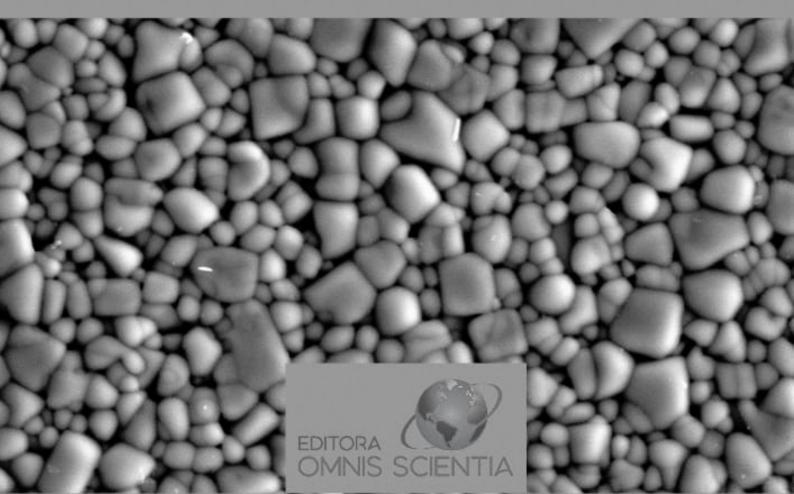
# ANÁLISE E DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS:

# NOVAS PERSPECTIVAS

## Organizadores:

Aluska do Nascimento Simões Braga Geysivana Késsya Garcia Carvalho Hitalo de Jesus Bezerra da Silva José Rosa de Souza Farias Valdeci Bosco dos Santos Veruska do Nascimento Simões Ycaro Breno Alves de Almeida





#### Editora Omnis Scientia

# ANÁLISE E DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS: NOVAS PERSPECTIVAS

Volume 1

1ª Edição

#### **Editor-Chefe**

Me. Daniel Luís Viana Cruz

#### **Organizadores**

Aluska do Nascimento Simões Braga

Geysivana Késsya Garcia Carvalho

Hitalo de Jesus Bezerra da Silva

José Rosa de Souza Farias

Valdeci Bosco dos Santos

Veruska do Nascimento Simões

Ycaro Breno Alves de Almeida

#### **Conselho Editorial**

Dr. Cássio Brancaleone

Dr. Marcelo Luiz Bezerra da Silva

Dra. Pauliana Valéria Machado Galvão

Dr. Plínio Pereira Gomes Júnior

Dr. Walter Santos Evangelista Júnior

Dr. Wendel José Teles Pontes

#### Editores de Área - Engenharias

Dra. Elba Gomes dos Santos Leal

Dr. Mauro de Paula Moreira

#### **Assistente Editorial**

Thialla Larangeira Amorim

#### Imagem de Capa

Os autores

#### Edição de Arte

Vileide Vitória Larangeira Amorim

#### Revisão

Os autores



Este trabalho está licenciado com uma Licença Creative Commons – Atribuição-NãoComercial-SemDerivações 4.0 Internacional.

O conteúdo abordado nos artigos, seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

# Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

A532 Análise e desenvolvimento de materiais cerâmicos [livro eletrônico] : novas perspectivas / Organizadores Aluska do Nascimento Simões Braga... [et al.]. – Triunfo, PE: Omnis Scientia, 2022. 74 p. : il.

Inclui bibliografia ISBN 978-65-88958-77-3 DOI 10.47094/978-65-88958-77-3

1. Materiais cerâmicos. 2. Cerâmicas tradicionais. 3. Cerâmicas avançadas. 4. Engenharia de materiais. I. Braga, Aluska do Nascimento Simões. II. Carvalho, Geysivana Késsya Garcia. III.Silva, Hitalo de Jesus Bezerra da. IV. Farias, José Rosa de Souza. V.Santos, Valdeci Bosco dos. VI. Simões, Veruska do Nascimento. VII. Almeida, Ycaro Breno Alves de.

CDD 620.11

#### Elaborado por Maurício Amormino Júnior - CRB6/2422

#### **Editora Omnis Scientia**

Triunfo – Pernambuco – Brasil Telefone: +55 (87) 99656-3565

editoraomnisscientia.com.br

contato@editoraomnisscientia.com.br



## **PREFÁCIO**

Materiais cerâmicos são uma classe de materiais que abrange uma grande variedade de substâncias naturais e sintéticas, tais como tijolos, revestimentos, pedras, concreto, abrasivos, vidrados para porcelana, isolantes, dielétricos, materiais magnéticos e não-metálicos, refratários para altas temperaturas e muitos outros. Popularmente, o termo cerâmica é utilizado para designar objetos de arte feitos a partir de massas plásticas cerâmicas. Usualmente, os materiais cerâmicos podem ser descritos como compostos inorgânicos formados por elementos metálicos e não metálicos. Visando melhor compreensão dos materiais cerâmicos, costuma-se dividi-los em dois grupos básicos: as cerâmicas tradicionais e as cerâmicas avançadas.

As cerâmicas tradicionais compreendem todos os materiais cerâmicos fabricados a partir de matérias-primas que são encontrados na natureza, como argilas, cerâmicas vermelhas, cerâmicas brancas, entre outros. Os produtos das cerâmicas tradicionais incluem: telhas, tijolos, cimento, revestimentos cerâmicos (pisos e azulejos), louças de mesa, vidros em geral, materiais refratários e isoladores elétricos.

As cerâmicas avançadas, também conhecidas como cerâmicas de alta tecnologia, diferem das tradicionais em virtude do controle mais rígido dos materiais empregados e nas etapas de processamento, o que influi nas propriedades e na microestrutura do material. São compostas por materiais sintéticos de alto grau de pureza, tais como o óxido de alumínio (Al2O3), carboneto de silício (SiC), nitreto de silício (Si3N4) e óxido de zircônio (ZrO2), entre outros, preparados por métodos mais sofisticados, envolvendo processos controlados, bem como melhor entendimento a nível microscópico. Os produtos das cerâmicas avançadas incluem: cerâmicas eletrônicas (isolantes e semicondutores), cerâmicas magnéticas (ferritas), cerâmicas ópticas (fibras ópticas, materiais para laser), elementos combustíveis (pastilhas de UO2), etc.

Neste sentido, este livro aborda diferentes pesquisas relacionados aos materiais cerâmicos, apresentando de maneira clara e objetiva resultados de estudos originais, bem como dados e informações pertinentes por meio de revisões bibliográficas acerca dessa área da ciência e engenharia de materiais.

# **SUMÁRIO**

CAPÍTULO 1
INFLUÊNCIA DA RAZÃO ÁCIDO CÍTRICO/CÁTIONS METÁLICOS NA SÍNTESE DE MULITA PELO MÉTODO PECHINI
José Rosa de Souza Farias
Slanna Larissa Olimpio Costa
Ycaro Breno Alves de Almeida
Veruska do Nascimento Simões
Geysivana Késsya Garcia Carvalho
Hitalo de Jesus Bezerra da Silva
Érica Karine Alves de Lima
Valdeci Bosco dos Santos
Aluska do Nascimento Simões Braga
DOI: 10.47094/978-65-88958-77-3/10-17
CAPÍTULO 2
EFEITO DO TETRAHIDROFURANO COMO SOLVENTE NA SÍNTESE DE MULITA PELO MÉTODO PECHINI
José Rosa de Souza Farias
Slanna Larissa Olimpio Costa
Ycaro Breno Alves de Almeida
Veruska do Nascimento Simões
Geysivana Késsya Garcia Carvalho
Hitalo de Jesus Bezerra da Silva
Wollia Nayane Araújo Vitoriano
Wollia Nayane Araújo Vitoriano  Valdeci Bosco dos Santos

CAPÍTULO 3
INFLUÊNCIA DE DIFERENTES ÁLCOOIS COMO SOLVENTES NA SÍNTESE DE MULITA PELO MÉTODO SOL-GEL
José Rosa de Souza Farias
Slanna Larissa Olimpio Costa
Adryann Millos Santos De Freitas
Ycaro Breno Alves de Almeida
Veruska do Nascimento Simões
Geysivana Késsya Garcia Carvalho
Hitalo de Jesus Bezerra da Silva
Valdeci Bosco dos Santos
Aluska do Nascimento Simões Braga
DOI: 10.47094/978-65-88958-77-3/26-33
CAPÍTULO 434
AVALIAÇÃO DA CITOTOXICIDADE DE CERÂMICAS BIFÁSICAS DE HAp/β-TCP
Ycaro Breno Alves de Almeida
Slanna Larissa Olimpio Costa
José Rosa de Souza Farias
Diogenes de Moura Junior
Victoria Regia Alves Sales
Ketelly Estefane da Silva Alves
Genivaldo Melo da Rocha
Veruska do Nascimento Simões
Geysivana Késsya Garcia Carvalho
Hitalo de Jesus Bezerra da Silva
Valdeci Bosco dos Santos
Aluska do Nascimento Simões Braga
DOI: 10.47094/978-65-88958-77-3/34-43

CAPÍTULO 544
SÍNTESE DE HIDROXIAPATITA VIA ROTA PECHINI: UMA BREVE REVISÃO
Ycaro Breno Alves de Almeida
Slanna Larissa Olimpio Costa
José Rosa de Souza Farias
Diogenes de Moura Junior
Victoria Regia Alves Sales
Ketelly Estefane da Silva Alves
Genivaldo Melo da Rocha
Veruska do Nascimento Simões
Geysivana Késsya Garcia Carvalho
Hitalo de Jesus Bezerra da Silva
Valdeci Bosco dos Santos
Aluska do Nascimento Simões Braga
DOI: 10.47094/978-65-88958-77-3/44-59
CAPÍTULO 660
CAPITULU 000
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano Hitalo de Jesus Bezerra da Silva
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano Hitalo de Jesus Bezerra da Silva Maria Elayne Rodrigues Alves Humberto Denys de Almeida Silva
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano Hitalo de Jesus Bezerra da Silva Maria Elayne Rodrigues Alves
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano Hitalo de Jesus Bezerra da Silva Maria Elayne Rodrigues Alves Humberto Denys de Almeida Silva
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano Hitalo de Jesus Bezerra da Silva Maria Elayne Rodrigues Alves Humberto Denys de Almeida Silva Fernanda da Luz Barbosa
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano Hitalo de Jesus Bezerra da Silva Maria Elayne Rodrigues Alves Humberto Denys de Almeida Silva Fernanda da Luz Barbosa José Rosa de Souza Farias
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano Hitalo de Jesus Bezerra da Silva Maria Elayne Rodrigues Alves Humberto Denys de Almeida Silva Fernanda da Luz Barbosa José Rosa de Souza Farias Ycaro Breno Alves de Almeida
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano Hitalo de Jesus Bezerra da Silva Maria Elayne Rodrigues Alves Humberto Denys de Almeida Silva Fernanda da Luz Barbosa José Rosa de Souza Farias Ycaro Breno Alves de Almeida Veruska do Nascimento Simões
NANOFIBRAS DE MANGANITA DE LANTÂNIO DOPADAS COM ESTRÔNCIO: UMA ANÁLISE BIBLIOMÉTRICA Érica Karine Alves de Lima Wollia Nayane Araújo Vitoriano Hitalo de Jesus Bezerra da Silva Maria Elayne Rodrigues Alves Humberto Denys de Almeida Silva Fernanda da Luz Barbosa José Rosa de Souza Farias Ycaro Breno Alves de Almeida Veruska do Nascimento Simões Geysivana Késsya Garcia Carvalho

#### AVALIAÇÃO DA CITOTOXICIDADE DE CERÂMICAS BIFÁSICAS DE HAp/β-TCP

#### Ycaro Breno Alves de Almeida<sup>1</sup>;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/4070307554924095

#### Slanna Larissa Olimpio Costa<sup>2</sup>;

Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Piauí (IFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/5896223773412182

#### José Rosa de Souza Farias<sup>3</sup>;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/9404467330103347

#### Diogenes de Moura Junior<sup>4</sup>;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/5791161214413731

#### Victoria Regia Alves Sales<sup>5</sup>;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/4380086092580232

#### Ketelly Estefane da Silva Alves<sup>6</sup>;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/0511638279355579

#### Genivaldo Melo da Rocha<sup>7</sup>;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/4165901488191140

#### Veruska do Nascimento Simões8;

Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, Rio Grande do Norte.

http://lattes.cnpq.br/1149592827133122

#### Geysivana Késsya Garcia Carvalho<sup>9</sup>;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/0242153749540840

#### Hitalo de Jesus Bezerra da Silva<sup>10</sup>;

Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), Recife, Pernambuco.

http://lattes.cnpq.br/4510351692039237

#### Valdeci Bosco dos Santos<sup>11</sup>;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí (IFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/0011700686113389

#### Aluska do Nascimento Simões Braga<sup>12</sup>.

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí (IFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/2429557575387821

**RESUMO:** A engenharia de tecidos se destaca na busca de recursos e rotas confiáveis com a finalidade de dar assistência à saúde humana, visando minimizar os danos causados por perda ou falha de tecidos ou órgãos, mimetizando o microambiente fisiológico. O BCP é um biomaterial cerâmico promissor para esta área, que consiste na união de duas fases de fosfatos de cálcio distintas, a hidroxiapatita (Hap) que detém bioatividade e estabilidade e o beta fosfato tricálcico (β-TCP) que possui rápida dissolução. Com isso, esta biocerâmicas dotada de uma taxa de absorção confiável e controlável, possibilita uma melhor osseointegração e rápido crescimento ósseo por ligação direta com o osso natural, ajudando assim na formação de osso novo. Dessa forma, este trabalho tem como objetivo obter o BCP através da rota Pechini, avaliando o efeito da relação ácido cítrico/cátions metálicos na citotoxicidade da cerâmica produzida. Os pós resultantes foram caracterizados por difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e ensaios de citotoxicidade em Artemia salina, através da metodologia de McLaughlin (1991). Percebeu-se que as diferentes relações ácido cítrico/cátions metálicos afetaram a proporção entre as fases, hidroxiapatita e beta TCP, constituintes do BCP. As partículas apresentaram-se fortemente aglomeradas e foram consideradas atóxicas, uma vez que possuíram 0% de letalidade.

PALAVRAS-CHAVE: Síntese. Fosfato de cálcio bifásico. Pechini.

#### EVALUATION OF THE CYTOTOXICITY OF HAp/ β -TCP BIPHASIC CERAMICS

ABSTRACT: Tissue engineering stands out in the search for reliable resources and routes in order to provide assistance to human health, aiming to minimize damage caused by loss or failure of tissues or organs, mimicking the physiological microenvironment. BCP is a promising ceramic biomaterial for this area, which consists of the union of two distinct calcium phosphate phases, hydroxyapatite (Hap) which has bioactivity and stability and beta tricalcium phosphate (β -TCP) which has rapid dissolution. With that, these bioceramics, endowed with a reliable and controllable absorption rate, allow a better osseointegration and fast bone growth by direct connection with the natural bone, thus helping in the formation of new bone. Thus, this work aims to obtain BCP through the Pechini route, evaluating the effect of the citric acid/metal cations ratio on the cytotoxicity of the ceramic produced. The resulting powders were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and cytotoxicity assays in Artemia salina, using the methodology of McLaughlin (1991). It was noticed that the different citric acid/metal cations ratios affected the proportion between the phases, hydroxyapatite and beta TCP, constituents of BCP. The particles were strongly agglomerated and were considered non-toxic, as they had 0% lethality.

**KEY-WORDS:** Synthesis. Biphasic calcium phosphate. Pechini.

#### INTRODUÇÃO

Em virtude ao agravamento do envelhecimento global, a osteoporose e as fraturas causadas pelo envelhecimento despendem recursos humanos e financeiros consideráveis a cada ano. Além disso, acidentes de trânsito e lesões por queda podem causar diferentes graus de fratura, resultando em defeitos ósseos (Wang et al., 2021). A maioria desses casos terminará em cirurgia, onde é necessária a colocação de enxertos que atendam às necessidades biológicas, estruturais e morfológicas do local afetado (Nevado et al., 2020). O enxerto ósseo é um procedimento cirúrgico para reconstruir defeitos ósseos que podem ser causados por lesões ou trauma, pseudoartrose infectada e doenças genéticas. Anualmente, mais de dois milhões de procedimentos de enxerto ósseo ocorrem em todo o mundo, o que torna o enxerto ósseo o segundo procedimento de transplante mais comum após a transfusão de sangue (Fardjahromi et al., 2021). Os autoenxertos, ainda considerados o padrão-ouro devido às suas propriedades osteogênicas, osteoindutivas e osteocondutoras ideais, têm várias desvantagens, incluindo a morbidade do local doador e sua disponibilidade limitada (Neto et al., 2019). Desta forma, a engenharia de tecidos surge nas últimas décadas, como um campo promissor para fornecer soluções para a reparação de tecidos, vários esforços foram feitos para desenvolver materiais e técnicas de fabricação para melhorar a funcionalidade e ampliar a acessibilidade da medicina regenerativa (Saed et al., 2020). Atualmente, os materiais usados como suporte em reparo ósseo incluem principalmente materiais poliméricos biodegradáveis, como poli-caprolactona, materiais biocerâmicos, como hidroxiapatita e β-fosfato tricálcico (β-TCP) e materiais metálicos, como titânio e tântalo (Duan et al., 2021).

Hidroxiapatita (HAp, Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>) e beta fosfato tricálcico (TCP, Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>) são os fosfatos de cálcio mais comumente usados em aplicações médicas (Sun e Huang, 2018). Porém, o processo de dissolução mais lento do HAp e a taxa de dissolução bastante rápida do β-TCp constituem um grande impedimento para tais aplicações, o que leva ao estudo de uma combinação de HAp e β-TCP, formados por fosfato de cálcio bifásico (BCP) (Ananth et al., 2020). O BCP é um biomaterial que consiste em uma mistura de HAp e TCP (Tan et al., 2020). Tornou-se um substituto promissor de enxerto ósseo devido à sua taxa de absorção confiável e controlável, melhor osseointegração e rápido crescimento ósseo por ligação direta com o osso natural, ajudando assim na formação de osso novo (Thangavelu et al., 2020). Sendo comumente usado para administração de drogas, substitutos ósseos e aplicações odontológicas por causa de sua biocompatibilidade e biodegradabilidade, bem como por sua eficácia na regeneração de tecidos duros em oposição a HAp puro ou β-TCP puro (Shim et al., 2018).

Várias literaturas já relataram a obtenção do BCP, reações em estado sólido, técnicas mecanoquímicas, métodos hidrotermal, sol-gel e emulsão, pirólise e combustão de solução, além de obtenções naturais. O método sol-gel de poliesterificação (Método Pechini) é um método geral para a síntese de nanopartículas, que se destaca devido ao controle do tamanho de partícula, morfologia e composição dos nanopós (Ghorbani et al., 2017). O princípio do processo Pechini é baseado na capacidade do ácido cítrico em quelar íons metálicos que podem sofrer poliesterificação com álcoois poli-hidroxílicos, como etilenoglicol, para formar um precursor polimérico, isso ocorre em duas etapas: a interação dos componentes iniciais em uma solução, resultando na formação do gel e na decomposição das composições metal-polímero obtidas para formar óxidos. O gel é formado a partir da esterificação entre o ácido polibásico (ligantes dos íons metálicos) e o álcool poliatômico. Após o processo de calcinação, são obtidos pós de tamanho nanométrico (Masoudpanah e Ebrahimi, 2013; Mamonova et al., 2017). Quando comparado a outros métodos sol-gel, o método Pechini apresenta melhor homogeneidade composicional, menor toxicidade e menor custo (Zaki et al., 2012).

O método Pechini, mesmo apresentando bastante atrativos, é pouco discutido na literatura para a produção do BCP, o que abre bastante espaço para discussões quanto a parâmetros de síntese e o efeitos dessas condições na propriedade finais do produto. Dessa forma, este trabalho tem como objetivo obter o BCP através da rota Pechini, avaliando o efeito da relação ácido cítrico/cátions metálicos na citotoxicidade da cerâmica produzida.

#### **METODOLOGIA**

Os materiais utilizados para a produção dos pós de BCP foram: água destilada, ácido cítrico monohidratado, nitrato de cálcio, fosfato de amônio dibásico e etilenoglicol.

Para a síntese do nano BCP pelo método Pechini, foi adicionado 100ml de água destilada em um becker, que foi colocado em uma placa de aquecimento com agitação constante com a temperatura mantida por volta do 70°C, controlada com o auxílio de um termômetro. O ácido cítrico foi adicionado na solução de forma fracionada, logo após foram adicionados os percursores, nitrato de cálcio e fosfato de amônio. A relação entre o ácido cítrico /cátion metálico variou em

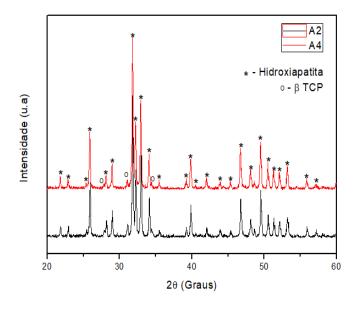
2:1 e 4:1. Após a total dissolução dos precursores, o etileno glicol foi colocado na solução. A razão entre o ácido cítrico e o etileno glicol (AC/EG) ficou fixa em 60/40. Após a disposição do etileno glicol a temperatura foi aumentada e mantida entre 100 a 120°C para a realização das reações de poliesterificação e consequente formação do gel. Foi realizado uma pirólise no gel a 400°C/1h, com uma taxa de aquecimento de 10°C/min, para a eliminação de matéria orgânica. O material obtido foi desaglomerado, e logo em seguida passado em peneira ABNT n°200 (0,074mm), e calcinado na temperatura de 1000°C, durante 1 hora, com taxa de aquecimento de 10°C/min, para obtenção da fase desejada. As amostras obtidas foram nomeadas de A2 e A4, quando a proporção AC/CM foi de 2:1 e 4:1, respectivamente.

As amostras sintetizadas foram caracterizadas por difração de raios X (DRX), para identificação das fases formadas, quantificação das fases, cristalinidade e tamanho de cristalito. O equipamento utilizado para essa análise foi o difratômetro de raios X modelo XRD-6000 da Shimadzu com radiação kα do cobre e varredura de 20 a 60°. A quantificação das fases foi realizada por meio do programa HighScore Plus. O tamanho de cristalito foi calculado a partir da equação de Scherrer. A cristalinidade foi determinada a partir da razão entre a área integrada do pico referente à fase cristalina e a área referente à fração amorfa. Os aspectos morfológicos das amostras obtidas foram analisados por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando um microscópio eletrônico de varredura, modelo Auriga da Carl Zeiss. A toxicidade do BCP foi avaliado por meio de ensaios de toxicidade sobre Artemia salina, através da metodologia de McLaughlin (1991).

#### RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 1 exibe os difratogramas de raios X das amostras.

Figura 1: Difratogramas de raios X das amostras A2 e A4, obtidas com razões AC/CM de 2:1 e 4:1, respectivamente



Fonte: Autoria própria, 2021.

O difratograma da Figura 1 permite observar a formação do fosfato de cálcio bifásico, com picos característicos das fases hidroxiapatita (HAp) e da fase beta fosfato tricálcico (β-TCP), para ambas as amostras. A fase referente a hidroxiapatita foi identificada através da ficha padrão JCPDS 9 – 432 e a fase β-TCP por meio da ficha padrão JCPDS 9 – 169. Os difratogramas se revelam bastante similares, todavia observa-se uma menor intensidade de alguns picos referentes a fase β-TCP na amostra A4, provavelmente em virtude do aumento na razão molar de ácido cítrico para íons metálicos em solução. Pesquisadores que estudaram a síntese de outros materiais pelo método Pechini, verificaram que o teor de ácido cítrico em relação aos cátions metálicos tem uma influência significativa na formação das fases formadas (Araújo et al., 2017; Julien et al., 2019).

A Tabela 1 apresenta a quantificação das fases e a Tabela 2 apresenta a cristalinidade e tamanho de cristalito das amostras A2 e A4, sintetizadas nas proporções AC/CM 2:1 e 4:1 e na razão 60/40 de AC/EG, respectivamente.

Tabela 1: Quantificação das fases das amostras A2 e A4 obtidas com razões AC/CM de 2:1 e 4:1

AMOSTDA	QUANTIFICAÇÃO DAS FASES (%)	
AMOSTRA	FASE Hap	FASE β -TCP
A2	93	7
A4	98	2

Fonte: Autoria própria, 2021.

Tabela 2: Tamanho de cristalitos e grau de cristalinidade das amostras A2 e A4 obtidas com razões AC/CM de 2:1 e 4:1.

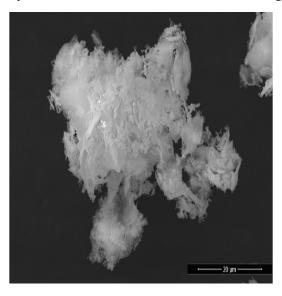
AMOSTRA	CRISTALiTOS (nm)	CRISTALINIDADE (%)	
A2	65,6	87,4	
A4	63,1	94,6	

Fonte: Autoria própria, 2021.

Percebe-se que os valores de cristalinidade são altos para todas as amostras, onde a amostra A4, com proporção 4:1 de AC/CM foi a que obteve maior valor de cristalinidade, sendo este de 94,6%, O elevado grau de cristalinidade das amostras provém da maior homogeneidade do sistema, que aumenta com a maior quantidade de ácido cítrico disponível para quelar mais cátions, resultando em uma maior uniformidade dos elementos metálicos no éster (Zhao et al. 2006). Quanto aos tamanhos de cristalito nota-se que não houve mudanças significativas com a variação da proporção de AC/CM. Onde, os valores se encontram bem próximos e evidenciam o caráter nanométrico das partículas e estão de acordo com a literatura para síntese de fosfatos de cálcio por outras rotas sol-gel (Feng et al., 2005; Eshtiagh-Hosseini et al., 2007).

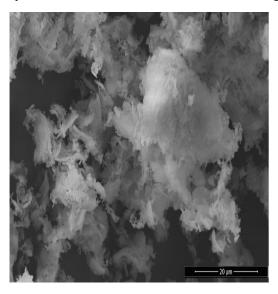
As Figuras 2 e 3 exibem a morfologia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra A2 e A4, respectivamente.

Figura 2: Microscopia eletrônica de varredura da amostra A2 na magnitude de 5000x.



Fonte: Autoria própria, 2021.

**Figura 3:** Microscopia eletrônica de varredura da amostra A4 na magnitude de 5000x.



Fonte: Autoria própria, 2021.

A análise da micrografia nas figuras 3 e 4 evidencia uma morfologia que se apresenta predominantemente numa forma aglomerada, não sendo possível distinguir cada uma das fases constituintes. Esta tendência em gerar agregados do material é oriunda de sua alta reatividade, que ocorre em decorrência do seu caráter nanométrico.

As amostras A2 e A4 foram testadas nas concentrações de 6; 3; 2; 1; 0,1; 0,05; 0,01 e 0,001 ug/mL, e para todas as concentrações testadas não houve letalidade dos organismos, sendo assim, não foi possível determinar CL50, o teste foi analisado por um período de 24 e 48h de exposição.

A Tabela 3 exibe os resultados de toxicidade frente à Artemia Salina amostras A2 e A4.

**Tabela 3:** Resultado do teste de toxicidade frente à Artemia Salina amostras A2 e A4.

Concentrações	(%) Letalidade	
(ug/mL)	A2	A4
6	0	0
3	0	0
2	0	0
1	0	0
0,05	0	0
0,01	0	0
0,001	0	0

Fonte: Autoria própria, 2021.

A organização mundial de saúde (OMS), considera tóxicas substâncias que apresentam valores de CL50 em Artemia Salina < 1.000 ug/ml (Meyer et al., 1982; Lima et al., 2014). Assim, as amostras analisadas são atóxicas, pois as mesmas apresentaram 0% de letalidade nas diversas concentrações testadas como demonstrado na Tabela 2. Esse teste fornece dados preliminares para futuros ensaios biológicos.

#### **CONCLUSÃO**

O fosfato de cálcio bifásico (BCP) foi produzido através do método Pechini de maneira apropriada, onde as diferentes relações ácido cítrico /cátions metálicos afetaram a proporção entre as fases, hidroxiapatita e beta TCP, constituintes do BCP. As amostras apresentaram partículas fortemente aglomeradas, e, apresentaram ainda, 0% de letalidade, sendo consideradas atóxicas a partir do teste em Artemia Salina, sendo apto para posteriores caracterizações biológicas.

#### DECLARAÇÃO DE INTERESSES

Nós, autores deste artigo, declaramos que não possuímos conflitos de interesses de ordem financeira, comercial, político, acadêmico e pessoal.

#### REFERÊNCIAS

ANANTH, K. P; GUO, B; ZHANG, C; WANG, W; ZHOU, P; BAI, J. Investigation of biphasic calcium phosphate (BCp)/polyvinylpyrrolidone (PVp) /graphene oxide (GO) composite for biomedical implants. Ceramics International, 46, 15, 24413-24423, 2020.

ARAUJO, D. S; DINIZ, V. C. S; DANTAS, J; ARAUJO, P. M. A. G; VIANA, R. S; JUNIOR, S. A; TORQUATO, R. A; COSTA, A. C. F. M. Avaliação da fotoluminescência do TiO <sub>2</sub>sintetizado pelo método Pechini. Cerâmica, 63(367), 2017.

DUAN, M; MA, S; SONG, C; LI, J; QIAN, M. Three-dimensional printing of a β-tricalcium phosphate scaffold with dual bioactivities for bone repair. Ceramics International, 47, 4, 4775-4782, 2021.

FARDJAHROMI, M. A; EJEIAN, F; RAZMJOU, A; VESEY, G; MUKHOPADHYAY, S. C; DERAKHSHAN, A; WARKIANI, M. E. Enhancing osteoregenerative potential of biphasic calcium phosphates by using bioinspired ZIF8 coating. Materials Science and Engineering: C, 123, 111972, 2021.

GHORBANI, S; RAZAVI, R. S; LOGHMAN-ESTARKI, M. R; ALHAJI, A. Synthesis of MgO- $Y_2O_3$  composite nanopowder with a high specific surface area by the Pechini method. Ceramics International, 43, 1(A), 345-354, 2017.

JOUANNAUX, J; HAEUSSLER, A; DROBEK, M; AYRAL, A; ABANADES, S; JULBE, A. Lanthanum manganite perovskite ceramic powders for CO<sub>2</sub> splitting: Influence of Pechini synthesis parameters on sinterability and reactivity. Ceramics International, 45, 12, 15636-15648, 2019.

LIMA, C. M. P; SOARES, R. P. F; BASTOS, I. V. G. A; GRANGEIRO, A. R. S; GURGEL, A. P. A. D; SILVA, A. C. P; SILVA, J. G; OLIVEIRA, R. A. G; SOUZA, I. A. Avaliação da toxicidade aguda do extrato das cascas de Pithecellobium cochliocarpum (Gomez) Macbr. Rev. bras. plantas med, 16, 4, Botucatu Oct./Dec. 2014.

MAMONOVA, D. V; KOLESNIKOV, I. E; MANSHINA, A. A; MIKHAILOV, M. D; SMIRNOV, V. M. Modified Pechini method for the synthesis of weakly-agglomerated nanocrystalline yttrium aluminum garnet (YAG) powders. Materials Chemistry and Physics, 189, 245-251, 2017.

MASOUDPANAH, S. M; EBRAHIMI, S. A. S. Structure and magnetic properties of nanocrystalline SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> thin films synthesized by the Pechini method. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 342, 128-133, 2013.

MCLAUGHLIN, J. L. Crown gall tumours on potato discs and brine shrimp lethality: two simple bioassays for higher plant screening and fractions. In: Dey PM. Methods in Plant Biochemistry, 1-32, 1991.

MEYER, B. N; FERRIGNI, N. R; PUTNAM, J. E; JACOBSEN, L. B; NICHOLS, D. E; MCLAUGHLIN, J. L. Brine Shrimp: A Convenient General Bioassay for Active Plant Constituents. Planta Medica, [s.l.], 45, 05, 31-34, Thieme Publishing Group, 1982.

NETO, A. S; FONSECA, A. C; ABRANTES, J. C. C; COELHO, J.F. J; FERREIRA, J. M. F. Surface functionalization of cuttlefish bone-derived biphasic calcium phosphate scaffolds with polymeric coatings. Materials Science and Engineering: C, 105, 110014, 2019.

NEVADO, P; LOPERA, A; BEZZON, V; FULLA, M. R; PALACIO, J; ZAGHETE, M. A; BIASOTTO, G; MONTOYA, A; RIVERA, J; ROBLEDO, S, M; ESTUPIÑAN, H; PAUCAR, C; GARCIA, C. Preparation and in vitro evaluation of PLA/biphasic calcium phosphate filaments used for

fused deposition modelling of scaffolds. Materials Science and Engineering: C, 114, 111013, 2020.

SAED, A. B; BEHRAVESH, A. H; HASANNIA, S; AKHOUNDI, B; HEDAYATI, S. K; GASHTASBI, F. **An** *in vitro* study on the key features of Poly L-lactic acid/biphasic calcium phosphate scaffolds fabricated via DLP 3D printing for bone grafting. European Polymer Journal, 141, 110057, 2020.

SHIM, K-S; KIM, H-J; KIM, S. E; PARK,K. Simple surface biofunctionalization of biphasic calcium phosphates for improving osteogenic activity and bone tissue regeneration. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 68, 220-228, 2018.

SUN, Y-S; HUANG, H-H. Biphasic calcium phosphates/tantalum pentoxide hybrid layer and its effects on corrosion resistance and biocompatibility of titanium surface for orthopedic implant applications. Journal of Alloys and Compounds, 743, 99-107, 2018.

TAN, M. H; CHANCHAREONSOOK, N; JANSEN, J. A; YU, N; LIU, E. W. Y; GOH, B. T. The use of biphasic calcium phosphate with or without bone morphogenic protein-2 for bone regeneration during immediate implant placement in a micropig model: A pilot study. Journal of Oral and Maxillofacial Surgery, Medicine, and Pathology, 32, 1, 19-25, 2020.

THANGAVELU, M; ADITHAN, A; PETER, J. S. J; HOSSAIN, M. A; KIM, N. S; HWANG, K-C; KHANG, G; KIM, J-H. Ginseng compound K incorporated porous Chitosan/biphasic calcium phosphate composite microsphere for bone regeneration. **International Journal of Biological Macromolecules**, 146, 1024-1029, 2020.

WANG, M; GE, X; CUI, Z; WU, S; ZHU, S; LIANG, Y; LI, Z; LU, W. W. Influences of strontium on the phase composition and lattice structure of biphasic calcium phosphate. Ceramics International, Available online 23 February 2021.

ZAKI, T; KABEL, K. I; HASSAN, H. Using modified Pechini method to synthesize α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles of high surface area. Ceramics International, 38, 6, 4861-4866, 2012.

ZHAO, J-P; QUAN, M-H, ZHANG, L. Preparation of potassium lithium niobate powders with low Li content via the Pechini method. Ceramics International, 32(7), 843-846, 2006.

### Índice Remissivo

```
Α
Ácido cítrico 11, 12, 13, 14, 15, 16, 19, 20, 22, 23, 25, 35, 37, 39, 41, 45, 51, 52, 53
Ácido cítrico/cátions metálicos 11, 12, 13, 14, 16, 25, 35, 37, 45, 52, 53
Água residual 11, 15, 23
Álcool etílico 11, 12, 27, 28, 29, 30, 31, 53
Álcool isopropílico 27, 28, 30, 31
Alumínio 12, 13, 14, 20, 27, 28, 30, 31
Ambiente fisiológicos 45
Ambientes químicos 12, 19
Análise térmica 11, 12, 19, 21, 27, 29
Aplicações tecnológicas 11, 20, 68
Assistência à saúde humana 35
В
Beta fosfato tricálcico (β-tcp) 35, 39
Bioatividade 35, 45, 47, 49
Biocerâmicas 35, 45, 46, 47
Biocompatibilidade 37, 45, 46, 47, 49
Biomateriais 45, 46, 47, 50
Biomaterial cerâmico 35
\mathbf{C}
Calcinação 12, 19, 20, 21, 24, 27, 29, 30, 31, 37, 51
Cátions metálicos 11, 13, 14, 16, 19, 20, 35, 39, 41, 52
Cerâmicas perovskitas 61
Ciência/indústria 61, 63
Condutividade térmica 12, 19
Cristalização da mulita 11, 14, 16, 19, 21, 24, 27, 31
D
Decomposição dos componentes 11, 15, 23
Densidade 12, 19, 48, 63
Difração de raios x (drx) 11, 27, 29, 35, 38
E
Engenharia de tecidos 35, 36
Escala de homogeneidade 27
Estabilidade 12, 19, 35, 46, 50, 53, 62
Estabilidade térmica 12, 19, 46, 53
Estrôncio 49, 61, 62, 63, 65, 66, 67, 68, 70
Expansão térmica 12, 19
```

F

Fase alfa-alumina 19

Fase alumina 11

Fase mulita 11, 19, 22, 29, 30

Fases cristalinas 19

Fases de fosfatos de cálcio 35

Fosfato de cálcio bifásico 35

G

Géis difásicos 27

Géis monofásicos 27

Н

Hidroxiapatita (hap) 35

Hipertermia magnética 61, 63

L

Liberador de fármacos 61, 63

M

Manganita de lantânio 61, 62, 63, 70

Material cerâmico 11

Material orgânico 11, 15, 23

Mecanismos de reação 19

Método pechini 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 19, 20, 24, 25, 37, 39, 41, 45, 47, 51, 52, 53

Método sol-gel 20, 27, 28, 31, 37

Microambiente fisiológico 35

Microscopia eletrônica de varredura (mev) 19, 21, 35, 38

Mulita 11, 19, 20, 27, 28

N

Nanofibras 61

Nano/micrométricos e monólitos 61

Nanotecnologia 61, 63

Nível atômico 13, 27

O

Organismo humano 45

Osseointegração 35, 37

P

Perda ou falha de tecidos ou órgãos 35

Processamento sol-gel 27

R

Refratariedade e desempenho do material 19

Resistência mecânica 12, 19, 46

Ressonância magnética 61, 63

S

Silício 13, 14, 27, 31 Síntese 11, 12, 13, 14, 19, 20, 25, 27, 28, 37, 39, 45, 47, 50, 51, 52, 53, 63 Solvente 11, 19, 20, 21, 22, 24, 27, 28, 30, 31, 45, 53

T

Tetrahidrofurano 19 Tipos de géis 27 Toxicidade 37, 38, 40, 41, 42, 45, 47



editoraomnisscientia@gmail.com

https://editoraomnisscientia.com.br/ @

@editora\_omnis\_scientia 💿

https://www.facebook.com/omnis.scientia.9 🛈

+55 (87) 9656-3565 🕒



editoraomnisscientia@gmail.com M

https://editoraomnisscientia.com.br/ @

@editora\_omnis\_scientia 🧿

https://www.facebook.com/omnis.scientia.9 🙃

+55 (87) 9656-3565 🕒