

ANÁLISE E DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS: NOVAS PERSPECTIVAS

Organizadores

Érica Karine Alves de Lima
Elaine Ferreira dos Santos Fernandes
Geysivana Késsya Garcia Carvalho
Erica Ianne da Silva Sousa
José Rosa de Souza Farias
Ketelly Estefane da Silva Alves
Valdeci Bosco dos Santos
Veruska do Nascimento Simões
Victória Régia Alves Sales
Ycaro Breno Alves de Almeida
Aluska do Nascimento Simões Braga
Diogenes de Moura Júnior

VOLUME 3

EDITORA
OMNIS SCIENTIA



ANÁLISE E DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS: NOVAS PERSPECTIVAS

Organizadores

Érica Karine Alves de Lima
Elaine Ferreira dos Santos Fernandes
Geysivana Késsya Garcia Carvalho
Erica Ianne da Silva Sousa
José Rosa de Souza Farias
Ketelly Estefane da Silva Alves
Valdeci Bosco dos Santos
Veruska do Nascimento Simões
Victória Régia Alves Sales
Ycaro Breno Alves de Almeida
Aluska do Nascimento Simões Braga
Diogenes de Moura Júnior

VOLUME 3

EDITORA
OMNIS SCIENTIA



Editora Omnis Scientia

**ANÁLISE E DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS: NOVAS
PERSPECTIVAS**

Volume 3

1ª Edição

TRIUNFO - PE

2023

Editor-Chefe

Me. Daniel Luís Viana Cruz

Organizadores

Érica Karine Alves de Lima

Elaine Ferreira dos Santos Fernandes

Geysivana Késsya Garcia Carvalho

Erica Ianne da Silva Sousa

José Rosa de Souza Farias

Ketelly Estefane da Silva Alves

Valdeci Bosco dos Santos

Veruska do Nascimento Simões

Victória Régia Alves Sales

Ycaro Breno Alves de Almeida

Aluska do Nascimento Simões Braga

Diogenes de Moura Júnior

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 - Ciências da Saúde

Dra. Camyla Rocha de Carvalho Guedine

Dra. Cristieli Sérgio de Menezes Oliveira

Dr. Leandro dos Santos

Dr. Hugo Barbosa do Nascimento

Dr. Marcio Luiz Lima Taga

Dra. Pauliana Valéria Machado Galvão

Assistente Editorial

Thialla Larangeira Amorim

Imagem de Capa

Freepik

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)
Lumos Assessoria Editorial

A532 Análise e desenvolvimento de materiais cerâmicos : novas perspectivas : volume 3 [recurso eletrônico] / organizadores Érica Karine Alves de Lima ... [et al.]. — 1. ed. — Triunfo : Omnis Scientia, 2023.
Dados eletrônicos (pdf).

Inclui bibliografia.

ISBN 978-65-6036-166-9

DOI: 10.47094/978-65-6036-166-9

1. Material cerâmico. 2. Engenharia de materiais.
3. Cerâmica (Tecnologia). I. Lima, Érica Karine Alves de.
II. Título.

CDD23: 620.11

Bibliotecária: Priscila Pena Machado – CRB-7/6971

Editora Omnis Scientia

Triunfo – Pernambuco – Brasil

Telefone: +55 (87) 99656-3565

editoraomnisscientia.com.br

contato@editoraomnisscientia.com.br



PREFÁCIO

Historicamente, os cerâmicos são uns dos materiais mais antigos do mundo, em virtude do seu emprego desde a pré-história. São compostos inorgânicos formados por elementos metálicos e não metálicos, ligados através de ligações iônicas e/ou covalentes. As propriedades destes materiais são determinadas pelo tipo de ligação atômica, seu caráter amorfo ou cristalino, bem como pelos métodos de seu processamento. São caracterizados por apresentar propriedades tais como: resistência a altas temperaturas e a corrosão, dureza, são isolantes térmicos e elétricos.

Cerâmicas a base de argilas, como peças decorativas, louças de mesa e relacionadas com a construção civil (louças sanitárias, cimento, tijolos, revestimento de piso ou parede), são classificadas como cerâmicas tradicionais. São elaboradas a partir de materiais naturais (ou pouco beneficiadas), de pureza variável, e com pouca exigência de controle em seu processamento.

As cerâmicas avançadas ou cerâmicas de Engenharia são produzidas a partir de matérias primas sintéticas (óxidos, nitretos, carbetos e outros) ou beneficiadas industrialmente, com alto grau de pureza, e processamento controlado rigidamente. Estas cerâmicas são utilizadas em aplicações tecnológicas, estando presentes nas indústrias de componentes eletrônicos, de comunicação, automotiva, naval, aeroespacial, biomédica, e em muitas outras áreas industriais.

Tendo em vista a importância dos materiais cerâmicos ao promover um resultado significativo na sociedade, visto que estão presentes em diferentes aplicações indústrias, este livro apresenta diferentes pesquisas relacionadas a estudos originais e de revisões bibliográficas na abordagem dessa área da ciência e engenharia de materiais.

Os organizadores.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1.....11

ANÁLISE DO USO DO ESTRÔNCIO (Sr) COMO ÍON DOPANTE NA SÍNTESE DO BETA FOSFATO TRICÁLCICO (β -TCP): UM ESTUDO PROSPECTIVO

José Rosa de Souza Farias

Victória Régia Alves Sales

Ycaro Breno Alves de Almeida

Geysivana Késsya Garcia Carvalho

Maysa Memória Martins

Erica Ianne da Silva Sousa

Veruska do Nascimento Simões

Elaine Ferreira dos Santos Fernandes_

Érica Karine Alves de Lima_

Maria Elayne Rodrigues Alves

Valdeci Bosco dos Santos

Aluska do Nascimento Simões Braga

DOI: 10.47094/978-65-6036-166-9/11-27

CAPÍTULO 2.....28

INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DA SOLUÇÃO NA OBTENÇÃO DE MULITA POR MEIO DA ROTA SOL-GEL

José Rosa de Souza Farias

Geysivana Késsya Garcia Carvalho

Gabriel Lima Bastos

Erica Ianne da Silva Sousa

Ycaro Breno Alves de Almeida

Veruska do Nascimento Simões

Elaine Ferreira dos Santos Fernandes_

Ketelly Estefane da Silva Alves

Hitalo de Jesus Bezerra da Silva

Humberto Denys de Almeida Silva

Valdeci Bosco dos Santos

Aluska do Nascimento Simões Braga

DOI: 10.47094/978-65-6036-166-9/28-36

CAPÍTULO 3.....37

AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DE RESÍDUOS INDUSTRIAL/AGROINDUSTRIAL NA PRODUÇÃO DE ARGAMASSA CIMENTÍCIA

Elaine Ferreira dos Santos Fernandes

Érica Karine Alves de Lima

Ketelly Estefane da Silva Alves

Maria Elayne Rodrigues Alves

Hitalo de Jesus Bezerra da Silva

José Rosa de Souza Farias

Naiara de Oliveira Sobrinho

Geysivana Késsya Garcia Carvalho

Maysa Memória Martins

Veruska do Nascimento Simões

Aluska do Nascimento Simões Braga

Valdeci Bosco dos Santos

DOI: 10.47094/978-65-6036-166-9/37-47

CAPÍTULO 4.....48

ALFA FOSFATO TRICÁLCICO COMO BIOMATERIAL: UMA BREVE REVISÃO DAS PROPRIEDADES E APLICAÇÕES.

Victória Régia Alves Sales

José Rosa de Souza Farias

Geysivana Késsya Garcia Carvalho

Erica Ianne da Silva Sousa

Gabriel Lima Bastos

Ycaro Breno Alves de Almeida

Diógenes de Moura Júnior

Veruska do Nascimento Simões

Pedro Afonso Amorim de Sousa

Thaynã Leite de Alencar

Valdeci Bosco dos Santos

Aluska do Nascimento Simões Braga

DOI: 10.47094/978-65-6036-166-9/48-63

CAPÍTULO 1

ANÁLISE DO USO DO ESTRÔNCIO (Sr) COMO ÍON DOPANTE NA SÍNTESE DO BETA FOSFATO TRICÁLCICO (β -TCP): UM ESTUDO PROSPECTIVO

José Rosa de Souza Farias¹;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/9404467330103347>

Victória Régia Alves Sales²;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/4380086092580232>

Ycaro Breno Alves de Almeida³;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/4070307554924095>

Geysivana Késsya Garcia Carvalho⁴;

Christus Faculdade do Piauí (CHRISFAPI), Piripiri, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/0242153749540840>

Maysa Memória Martins⁵;

Christus Faculdade do Piauí (CHRISFAPI), Piripiri, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/6769980781249691>

Erica Ianne da Silva Sousa⁶;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/4888137102478661>

Veruska do Nascimento Simões⁷;

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Sumé, Paraíba

<http://lattes.cnpq.br/1149592827133122>

Elaine Ferreira dos Santos Fernandes⁸;

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

<http://lattes.cnpq.br/3325233130338911>

Érica Karine Alves de Lima⁹;

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

<http://lattes.cnpq.br/8186490901865658>

Maria Elayne Rodrigues Alves¹⁰;

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

<http://lattes.cnpq.br/6730439235097176>

Valdeci Bosco dos Santos¹¹;

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 Braga¹².

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, Paraíba

<http://lattes.cnpq.br/2429557575387821>

RESUMO: O beta fosfato tricálcico (β -TCP) vem se destacando como um biomaterial cerâmico promissor por apresentar excelentes propriedades de biocompatibilidade e bioatividade. Baseado nesse contexto, este trabalho tem como objetivo apresentar uma breve revisão sobre o beta fosfato tricálcico (β -TCP) dopado com estrôncio, nos últimos oito anos, apresentando a quantidade de artigos publicados, os países que mais publicaram trabalhos, as principais aplicações, e os métodos de síntese.

PALAVRAS-CHAVE: Revisão. Biocerâmicas. Beta fosfato tricálcico.

ANALYSIS OF STRONTIUM (Sr) USE AS A DOPANT ION IN THE SYNTHESIS OF BETA TRICALCIUM PHOSPHATE (B-TCP): A PROSPECTIVE STUDY

ABSTRACT: Beta tricalcium phosphate (β -TCP) has been emerging as a promising ceramic biomaterial due to its excellent biocompatibility and bioactivity properties. In this context, this study aims to provide a brief review on strontium-doped beta tricalcium phosphate (β -TCP) in the last eight years, presenting the number of published articles, the countries that have published the most, the primary applications, and the synthesis methods.

KEY-WORDS: Review. Bioceramics. Beta Tricalcium Phosphate.

INTRODUÇÃO

A busca por materiais e métodos inovadores a fim de restaurar fragmentos do corpo humano, surge como algo inovador. Neste sentido, a ciência dos materiais, aliada às ciências biomédicas (medicina e biologia), tem contribuído para o desenvolvimento de biomateriais para reconstruir ou substituir tecidos danificados, onde tais materiais devem

ser biocompatíveis e conter propriedades mecânicas, bioquímicas e físicas específicas (Schatkoskiet et al., 2021; Jodati et al., 2020).

Biomaterial pode ser definido como qualquer material, natural ou artificial, que compreende o todo ou uma parte de uma estrutura viva ou um dispositivo biomédico que executa, acrescenta ou substitui uma função natural (Chim e Gosain, 2009). Uma importante classe dos biomateriais são as biocerâmicas também conhecidas como cerâmicas de alta tecnologia ou cerâmicas avançadas, que podem ser inertes ou não, projetadas para serem usadas como dispositivos médicos expostos a proteínas, células, tecidos, órgãos e sistemas de órgãos (Punj et al., 2021; Dorozhkin, 2018).

As biocerâmicas à base de fosfato de cálcio se sobressaem entre as demais, principalmente devido a sua semelhança química e cristalográfica com o osso humano. Como resultado, além de não serem tóxicas, são biocompatíveis, não são reconhecidas como materiais estranhos no corpo e o mais importante, exibem comportamento bioativo e se integram ao tecido vivo pelos mesmos processos ativos na remodelação de ossos saudáveis (Farias et al., 2020; Canillas et al., 2021).

De formulação química $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, o beta fosfato tricálcico (β -TCP), se destaca por conta de suas excelentes propriedades de biocompatibilidade, bioatividade in vivo, biorreabsorbilidade e osteocondutividade, liberando íons de cálcio e fosfato promovendo a osteogênese. Além disso, pode ser parcialmente reabsorvido entre 6 a 15 semanas após ser implantado no organismo, possuindo melhor osteoindutividade e degradabilidade do que a hidroxiapatita (HAp), bem conhecida e amplamente utilizada em várias aplicações médicas. (Chair et al., 2017; Wu et al., 2023).

Quando um íon é incorporado à estrutura de uma biocerâmica como o β -TCP, uma nova categoria de material é criada, onde inúmeras propriedades únicas que superam as desvantagens do material primitivo favorecem seu uso em diferentes aplicações biológicas. Neste sentido, o processo de dopagem pode melhorar as propriedades de manuseio, desempenho angiogênico e osteogênico, atividade antimicrobiana, entre outras propriedades. Dentre os íons mais utilizados como dopantes na estrutura cristalina do β -TCP, o estrôncio (Sr) desempenha um papel importante na formação e remodelação óssea, onde é utilizado para o tratamento de osteoporose, acelerando o processo de osteogênese e de mineralização (Schatkoski et al., 2021; Almeida et al., 2021).

O estrôncio (Sr) é um metal alcalino terroso considerado um elemento de dopagem eficaz e seguro cujo efeito na formação e remodelação óssea se torna mais perceptível e diferente ao longo do tempo dependendo da concentração aplicada (Neves et al., 2017). Tal oligoelemento está presente em quantidades significativas em tecidos calcificados, especialmente nas regiões de alto desempenho metabólico, o que tem gerado enorme procura para pesquisas em virtude do seu potencial para aplicações ortopédicas, uma vez que possui efeitos benéficos na formação e reabsorção óssea, promovendo a regeneração óssea e reduzindo a incidência de fraturas (Laskus e Kolmas, 2017).

A crescente evidência do efeito benéfico do estrôncio no osso justifica o crescente interesse pela sua adição em biocerâmicas e cimentos de fosfatos de cálcio tais como a hidroxiapatita e o beta fosfato tricálcico como também de vidros bioativos, visando melhorar a capacidade de bioatividade e a indução óssea de matérias-primas, de modo a alcançar o efeito benéfico do reparo de defeitos ósseos (Liu et al., 2020). Neste sentido, *in vitro*, é responsável por aumentar o número de células osteoblásticas e reduzir o número e a atividade das células osteoclásticas e *in vivo*, é responsável por melhorar a formação óssea (Boanini et al., 2010).

Vale ressaltar ainda que a adição de íons Sr^{2+} pode melhorar as propriedades mecânicas dos materiais e ter efeito antibacteriano e anti-inflamatório, todavia, deve-se atentar a quantidade de estrôncio incorporada em tecidos vivos, uma vez que baixas concentrações contribuem para a formação óssea adequada, enquanto que concentrações mais altas podem causar osteomalácia. Isto é, por um lado ele estimula a formação óssea, por outro, diminui sua reabsorção, o que é comprovado pela sua ação particular de modo duplo do elemento, causada por seu efeito estimulante na diferenciação osteoblástica e inibição simultânea da atividade osteoclástica (Tao et al., 2020).

Diante disto, o objetivo deste trabalho consiste em apresentar os dados coletados nos últimos oito anos sobre o beta fosfato tricálcico dopado com estrôncio, apresentando a quantidade de artigos publicados, os países envolvidos nas publicações, as principais aplicações e os métodos de síntese utilizados, visando explorar a literatura acerca das pesquisas desenvolvidas até agora com essa importante biocerâmica.

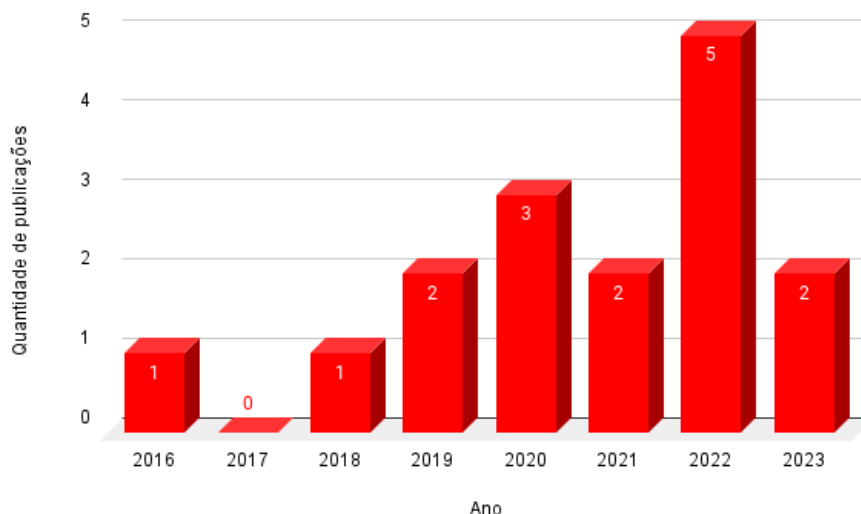
MATERIAIS E MÉTODOS

A coleta de dados foi realizada por meio de busca eletrônica nas bases de dados Science Direct, Scopus e Web of Science. Os critérios de inclusão definidos foram: artigos de pesquisa publicados nos últimos 8 anos, isto é, de 2016 até os 6 primeiros meses do ano de 2023.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Obteve-se um total de 16 trabalhos publicados ao realizar-se as buscas. Percebeu-se que o número de publicações anual vem aumentando, onde 2022 com 5 artigos foi o ano com o maior número de artigos, representando 31,25% do total de publicações, o que enfatiza a importância e o crescente interesse dessa biocerâmica para a comunidade científica. A Figura 1 é um gráfico que apresenta a quantidade de publicações por ano, dos últimos 8 anos.

Figura 1. Número de artigos por ano.



Com referência aos países com publicações nos últimos oito anos obteve-se um total de 15 países distintos, onde a China com 5 artigos é o país que mais publicou nos últimos três anos, seguido da Itália e Rússia com 4 e 3 artigos, respectivamente. A Figura 2 é um gráfico que apresenta de maneira simplificada os principais países com as respectivas quantidades de publicações.

Figura 2. Quantidade de publicações por país.



MÉTODOS DE SÍNTESE

Basicamente, a síntese do β -TCP pode ser realizada pela conversão térmica de um precursor com razão molar Ca/P \approx 1,5 como a hidroxiapatita deficiente em cálcio (CDHA), ou o fosfato de cálcio amorfo (ACP), em uma faixa de temperatura que varia de 650 a 750 °C, ou por reação de estado sólido de uma mistura de precursores sólidos em altas temperaturas (Bohner et al., 2020). Entretanto, várias outras rotas de síntese podem ser utilizadas para a síntese do beta fosfato tricálcico, onde as características do material produzidos vão depender do tipo de síntese utilizada (Chaair et al., 2017).

A Tabela 1 apresenta os métodos de síntese utilizados relatados na literatura para fabricação do beta fosfato tricálcico. Vale ressaltar que apenas 9 do total de todos os artigos pesquisados descreveram os métodos de síntese utilizados, ou seja, 56,25% do total de artigos, o que indica que 43,75% dos artigos não relatam a rota de síntese descrita para fabricação de pós de β -TCP, ou ainda, muitos dos artigos utilizam amostras de β -TCP já prontas, provenientes de outros estudos anteriores.

Tabela 1. Métodos de síntese utilizados para fabricação dos pós de β -TCP

MÉTODO DE SÍNTESE	QUANTIDADE DE ARTIGOS
PRECIPITAÇÃO QUÍMICA	4
REAÇÃO NO ESTADO SÓLIDO	2
ATIVAÇÃO MECANOQUÍMICA	2
MÉTODO HIDROTERMAL	1

Analisando a tabela 1 percebe-se que foram descritos 4 rotas de síntese distintas para fabricação do β -TCP, onde a rota de síntese mais utilizada foi o método de precipitação química, correspondendo a 25% do total de artigos, seguido do método de reação no estado sólido e o método de ativação mecanoquímica, ambos correspondendo a 12,5% do total de artigos e por fim o método hidrotermal correspondendo a 6,25% do total.

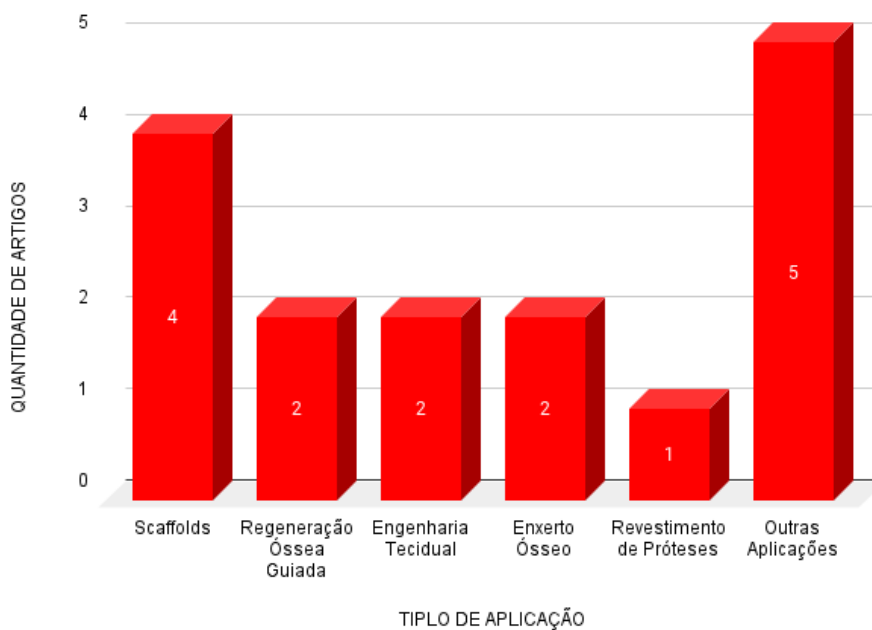
Chamada de precipitação em via úmida, química ou aquosa o método de precipitação química é o processo pelo qual uma substância solúvel é convertida para uma forma insolúvel ou por reação química ou por mudanças na composição do solvente para diminuir a solubilidade da substância nela contida apresentando a vantagem da facilidade no controle dos parâmetros do processo, obtenção de pós com partículas finas, elevada área superficial específica, homogeneidade química e uso de reagentes de baixo custo permitindo a obtenção de cerâmicas densas em temperaturas de sinterização inferiores às temperaturas necessárias para pós obtidos por outros métodos (Liang, 1997; Mazumder et al., 2019).

O método consiste na dissolução de um sólido em uma solução, ocorrendo a formação de espécies iônicas, em sequência as espécies iônicas formadas darão origem aos precursores quando forem novamente precipitadas na forma e quantidade ideal. Tal rota de síntese consiste em dois processos: nucleação (crescimento e formação do centro de nucleação) e o crescimento subsequente das partículas (Kakihana et al., 1998).

APLICAÇÕES

Dentre os 16 trabalhos analisados nos últimos 8 anos, 11 artigos visam aplicações no campo dos biomateriais, o que corresponde a 68,75% do total de artigos. Neste sentido, às áreas de aplicações dos biomateriais são: Scaffolds (4 artigos), Regeneração Óssea Guiada (2 artigos), Engenharia Tecidual (2 artigos), e enxertos ósseos (2 artigos) e revestimento de próteses (1 artigo), onde o principal tipo de aplicação é voltada para produção de scaffolds. Além disso, os 5 artigos restantes visam análise das propriedades finais após inserção do elemento de dopagem na estrutura cristalina do beta fosfato tricálcico, tais como propriedades antimicrobianas, propriedades de citocompatibilidade e propriedades estruturais, o que corresponde a 31,25% do total de artigos. A Figura 3 detalha as aplicações voltadas ao campo dos biomateriais.

Figura 3. Aplicações do β -TCP dopado com estrôncio



Scaffolds são estruturas tridimensionais que possuem arcabouço tridimensional poroso, propriedades bioativas e biodegradáveis, que promovem a proliferação celular, ou colonização de células, fornecendo um ambiente estável, servindo de molde para a

formação do novo tecido. As propriedades mecânicas e de degradação estão diretamente relacionadas com o material que compõe o scaffold. Dessa forma, as principais interações biológicas, como adesão entre proteínas e peptídeos, adesão celular, migração, proliferação e diferenciação, são funções primárias das propriedades de superfície do material em questão (Hutmacher et al., 2007; Liu e Ma, 2004; Oliveira et al., 2010).

A seguir estão apresentados todos os trabalhos encontrados nas bases de dados durante os últimos anos, desde 2016 até o presente ano.

Singh et al. (2016) estudaram a proliferação e a diferenciação de células-tronco mesenquimais humanas a partir de scaffolds de β -TCP combinados com (magnésio) Mg^{2+} ou Mg^{2+}/Sr^{2+} . Constatou-se que as células cultivadas diretamente em estruturas preparadas com β -TCP substituído apenas com Mg^{2+} foram capazes de suportar atividade de fosfatase alcalina, osteopontina e expressão de osteoprotegerina em comparação com todas as composições contendo Mg^{2+}/Sr^{2+} , e β -TCP puro. Desse modo, concluiu-se que a maior diferenciação observada foi devido à liberação de íons bioativos na microestrutura de superfície, onde a liberação desses íons oferece suporte à diferenciação aprimorada por meio da sinalização do fator de crescimento e da proteína morfogenética óssea, dependente do grupo de proteínas intracelulares.

Wang et al. (2018) sintetizaram nanopós de β -TCP codopados com íons estrôncio (Sr^{2+}) e zinco (Zn^{2+}) variando a concentração dos dopantes de 0 a 4,8 mol%, onde a estrutura cristalina e as propriedades do beta fosfato tricálcico foram analisadas após a dopagem. O resultado da pesquisa mostrou que a fase β -TCP foi alcançada após o tratamento térmico acima de 800 °C, os parâmetros de rede do eixo a e do eixo c diminuíram gradualmente com o aumento do nível de co-substituição Sr^{2+}/Zn^{2+} na rede cristalina, além disso o estudo confirmou também que a dopagem melhorou significativamente a estabilidade térmica do β -TCP. Portanto, o material formado mostrou ser promissor em bioaplicações, porém não apresentou mineralização superior ao β -TCP puro.

Kazemi et al. (2019) analisaram o potencial osteogênico in vitro de diferentes scaffolds constituídos por β -TCP dopado com estrôncio (Sr-TCP) e vidro bioativo (BG), usando células-tronco mesenquimais derivadas da medula óssea de coelhos, onde a capacidade osteogênica dos scaffold foram avaliadas através da atividade da fosfatase alcalina, deposição mineral por coloração com vermelho de alizarina e experimentos de expressão gênica osteoblástica. Foram utilizadas as composições de Sr-TCP/BG: 100/0, 50/50, 75/25 e 25/75, onde a amostra Sr-TCP/BG: 50/50 apresentou a melhor capacidade de induzir e acelerar a osteodiferenciação de células-tronco mesenquimais. Portanto, este nanocompósito foi nomeado como o scaffold mais favorável para estudos in vivo. O estudo concluiu que as células-tronco mesenquimais formadas com os scaffolds não apenas forneceram uma resistência mecânica apropriada como substituto ósseo, mas também promoveram a regeneração óssea de maneira eficiente e rápida. Dessa maneira, tal scaffold pode ser considerado uma alternativa óssea apropriada para tratamentos de longo prazo.

Boanini et al. (2019) sintetizaram nanopartículas de β -TCP pelo método de reação de estado sólido na presença de quantidades crescentes de íons estrôncio e zinco, a fim de esclarecer as modificações estruturais induzidas pela substituição iônica. O estudo concluiu que o zinco pode substituir o cálcio na estrutura cristalina do β -TCP em até cerca de 10% induzindo uma redução dos parâmetros celulares, enquanto a substituição ocorre em até cerca de 80 at no caso do estrôncio, o que provoca um aumento linear das constantes de rede e uma ligeira modificação para uma estrutura mais simétrica. O refinamento Rietveld demonstra que o sítio Ca(5) octaédrico é o sítio de β -TCP preferido pelos íons de zinco. Os resultados de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) indicam que a substituição do zinco provoca um distúrbio na estrutura do β -TCP. Em desacordo com o comportamento do zinco, o estrôncio evita completamente o sítio Ca(5) mesmo em alta concentração, ao passo que exibe uma clara preferência pelo sítio Ca(4). As bandas de absorção infravermelha do β -TCP mostram uma mudança geral para números de onda mais baixos com o aumento do conteúdo de estrôncio. Neste sentido, tais resultados fornecem informações adicionais e mais detalhadas sobre a influência da substituição iônica na estrutura do β -TCP, o que é de particular interesse no caso do estrôncio e do zinco devido aos seus importantes papéis biológicos.

Kozelskaya et al. (2020) investigaram o efeito das substituições de estrôncio e magnésio na composição de pulverização catódica de β -TCP nas propriedades físico-químicas e na taxa de deposição em revestimentos de fosfato de cálcio. Observou-se que a presença de substituições de estrôncio no alvo β -TCP pulverizado leva a um aumento significativo na taxa de deposição de revestimentos de fosfato de cálcio, enquanto as substituições de magnésio reduzem ligeiramente. Tal diferença se deve à influência das substituições de magnésio e estrôncio na estrutura cristalina do pó de β -TCP. Cálculos teóricos indicam que as substituições de estrôncio levam a um aumento no volume da célula unitária, o que causa um aumento nas taxas de deposição de revestimentos de (Sr- β -TCP), enquanto que as substituições com magnésio levam a diminuição no volume da célula unitária o que leva a uma ligeira diminuição na taxa de deposição de revestimento de (Mg- β -TCP), também foi demonstrado um aumento na solubilidade dos revestimentos formados por pulverização catódica de alvos Sr- β -TCP e Mg/Sr- β -TCP.

Tohidnezhad et al. (2020) investigaram o potencial do uso de scaffolds de beta fosfato tricálcico (β -TCP) puros ou dopados com estrôncio, no processo de Regeneração óssea em fraturas no fêmur de camundongos, avaliando o processo de angiogênese, bem como possíveis inflamações no processo de cicatrização. O estudo concluiu que os scaffolds de β -TCP puro propiciaram a formação de grande porcentagem de tecido ósseo na consolidação da fratura, todavia, a adição de estrôncio aos scaffolds influenciou a resposta inflamatória em vários estágios do processo de cicatrização, podendo ter afetado a regeneração óssea. Dessa maneira, o estudo concluiu que um período de inflamação estendido causado pela adição de estrôncio acelera a formação de tecido ósseo, acelerando também o preenchimento da fratura, o que pode ajudar no tratamento de pacientes que sofrem de osteoporose.

Tao et al. (2020) analisaram se o uso do β -TCP dopado com estrôncio (Sr/ β -TCP) modificado com aspirina (Asp-Sr/ β -TCP) pode aumentar a eficácia do beta fosfato tricálcico no tratamento de defeitos ósseos osteoporóticos. Para isso células do tipo MC3T3-E1 foram co-cultivadas por meio de scaffolds contendo β -TCP, Sr/ β -TCP, Asp-Sr/ β -TCP e induzidas à osteogênese, onde a viabilidade celular, capacidade de mineralização foram observadas pelo ensaio de atividade metabólica celular, coloração Alizarin Red (ARS) e Western blotting (WB). Em seguida, os scaffolds foram implantados no modelo de defeito ósseo da epífise femoral de ratos ovariectomizados (OVX) por 8 semanas. O estudo concluiu que a mineralização celular e viabilidade do grupo Asp-Sr/ β -TCP é significativamente maior do que o grupo controle, a expressão de proteínas osteogênicas como ALP, OPN, RUNX-2, OC e COL-1 do grupo Asp-Sr/ β -TCP é significativamente maior do que o grupo controle. Além disso, imagens de raios-X e avaliações histológicas mostram que, o grupo Asp-Sr/ β -TCP apresentou o efeito mais forte na regeneração óssea e mineralização óssea, quando comparado com o grupo β -TCP e o grupo Sr/ β -TCP. Neste sentido, o estudo concluiu que a co-modificação de β -TCP por estrôncio e aspirina é um esquema para reparo rápido de defeitos condilares femorais, e esses efeitos podem ser alcançados pela inibição da inflamação local e promoção da atividade osteogênica.

Wang et al. (2021) sintetizaram Hidroxiapatita e β TCP com as seguintes concentrações de estrôncio: 1, 5 e 15 mol % através de precipitação química e calcinação em alta temperatura. Os resultados mostraram que com o aumento da concentração de Sr, primeiro houve uma redução de Hap, fenômeno esse ocasionado pela distorção da estrutura, porém, quando a concentração de Sr atingiu 15% a porcentagem de Hap começou a aumentar, esse último fator pode ser explicado devido a ocorrência da transformação de fase β -TCP para uma apatita deficiente em cálcio (Ca^{2+}). Portanto, o aumento nos parâmetros de rede e volume indicam que houve com sucesso a incorporação de Sr na estrutura cristalina de β -TCP e Hap, devido ao raio iônico do Sr^{2+} ser maior que o Ca^{2+} .

Sugimoto et al. (2021) estudaram o efeito do beta fosfato tricálcico dopado com estrôncio, silício e zinco, buscando melhorias nas propriedades osteoindutivas promovendo a osteogênese in vitro e in vivo. O β -TCP foi preparado na forma de discos usando suspensões de nanopartículas de estrôncio substituído com silicato apatita (SrSiP) ou estrôncio co-substituído com silicato e zinco (SrZnSiP). Foram utilizadas células mesenquimais da medula óssea (BMSCs) do osso fêmur de ratos que foram revestidos ou não de β -TCP dopado. Após cultura por 14 dias, observou-se a formação maior de RNA mensageiro (mRNA) em quase todos os genes osteogênicos e angiogênicos nos grupos SrZnSiP e SrSiP do que no grupo não revestido, sem citotoxicidade significativa induzida pelo revestimento de apatita in vitro. Além disso, in vivo, os grupos SrZnSiP e SrSiP apresentaram níveis osteogênicos significativamente maiores e os achados radiológicos e histopatológicos revelaram formação óssea abundante no grupo revestido por apatita, concluindo-se que esta técnica pode melhorar os resultados clínicos após cirurgia ortopédica usando substitutos de enxerto ósseo, como β -TCP.

Deyneko et al. (2022) sintetizaram beta fosfato tricálcico dopado com cobre (Cu), zinco (Zn), estrôncio (Sr) e manganês (Mn) por meio do método de reação em estado sólido, analisando a influência da dopagem na estrutura cristalina do β -TCP e sua influência na atividade antimicrobiana. Por meio da análise das composições químicas em correlação com as características estruturais da estrutura do β -TCP o estudo concluiu que a incorporação de íons Sr^{2+} juntamente com os íons metálicos divalentes permite estender a existência limite de uma solução sólida devido ao alargamento da célula unitária. Além disso, todas as fases sintetizadas apresentaram efeito antibacteriano, todavia, fosfatos com ocupação conjunta no sítio M5 apresentaram caráter seletivo contra microorganismos individuais, o que conclui que íons dopantes ativos devem estar localizados em diferentes sítios cristalinos para proporcionar maior atividade antimicrobiana.

Fadeeva et al. (2022) sintetizaram pós de beta fosfato tricálcico (β -TCP) dopados com diferentes concentrações de íons Sr^{2+} (0, 0,1 e 0,5) usando o método de ativação mecanoquímica onde foram analisadas as propriedades físico-químicas, a citocompatibilidade e o comportamento das amostras sob imersão em solução salina padrão. Após imersão das amostras em solução salina padrão por 21 dias, a análise das fases revelou a dissolução parcial da fase inicial β -TCP e alterações na microestrutura das amostras. Além disso, os resultados mostram que a introdução de íons Sr^{2+} no β -TCP melhorou a adesão celular, a proliferação e a citocompatibilidade das amostras preparadas. Deste modo, o estudo concluiu que os resultados obtidos fornecem uma base para aplicações de biocerâmicas dopadas com estrôncio em experimentos modelo in vivo.

Rau et al. (2022) investigaram as propriedades físico-químicas e biológicas in vitro do cimento ósseo de fosfato tricálcico dopado com estrôncio, com foco em investigações de curto e longo prazo. Para investigações de curto prazo, difração de raios X com energia dispersiva, espectroscopia de infravermelho e técnicas de espectroscopia no domínio do tempo em terahertz foram aplicadas. Para estudos de longo prazo resolvidos no tempo, foram realizados testes de difração angular dispersiva de raios X, microscopia eletrônica de varredura, testes mecânicos e comportamento em solução de Ringer. O estudo concluiu que as caracterizações de curto prazo forneceram informações sobre o mecanismo de endurecimento do cimento. Neste sentido, as amostras dopadas não eram mais detectáveis após 45 min do processo, durante este período de tempo foi detectado um aparecimento (após 10 min do início) e aumento constante de uma fase secundária de fosfato bicálcico di-hidratado. Além disso, o estudo concluiu que a resistência à compressão do cimento aumentou, os estudos da atividade metabólica não tiveram um efeito perceptível na viabilidade celular, não houve diferenças significativas entre os cimentos TCP e Sr-TCP, onde o método de contato direto confirmou que o número de células na superfície da amostra dopada foi maior do que na amostra pura e na amostra controle, o que conclui que o cimento desenvolvido é promissor para aplicações biomédicas para o tecido ósseo.

Kim et al. (2022) analisaram a influência da substituição de ferro e estrôncio em pós de β -TCP, correlacionando suas propriedades com o β -TCP puro. Para isso, as

mudanças estruturais o comportamento de degradação, as propriedades magnéticas e as propriedades de adesão celular foram estudadas através da imersão em meio de cultura. O estudo concluiu que a mudança estrutural indica que os parâmetros de rede do pó sintetizado gradualmente diminuem e aumentam de acordo com o tipo e número de íons de substituição. Todas as amostras substituídas por íons melhoraram as propriedades magnéticas em comparação com o β -TCP puro. A análise de degradação *in vitro* demonstrou que Fe e Sr promovem comportamento de degradação e comportamento de reabsorção na superfície do β -TCP, respectivamente. Portanto, as amostras co-substituídas tiveram um efeito sinérgico, apresentando comportamento simultâneo de degradação e reabsorção durante a imersão em meio de cultura. Além disso, a análise de adesão celular revelou que a substituição de Fe faz com que a amostra de β -TCP obtenha rugosidade superficial em escala de microm/microm e melhora significativamente a adesão celular e a capacidade de proliferação de β -TCP. Estes resultados sugerem que a co-substituição Fe/Sr para β -TCP pode desempenhar um papel significativo em aplicações biomédicas e pode ser considerado um material eficaz para aplicações de regeneração de tecido ósseo através do controle da degradação e capacidade de reabsorção.

Besleaga et al. (2022) sintetizaram scaffolds de cerâmicas bifásicas de fosfatos de cálcio (BCPs) puras e dopadas com Mg e Sr pela técnica de manufatura aditiva robocasting a partir de pós sintetizados hidrotermicamente, com o intuito de comparar de forma multiparamétrica, morfoestrutural e *in vitro* biológico scaffolds macroporosos de BCP não dopados, com dopagem simples (Sr) e dopagem dupla (Sr e Mg) para reparo e regeneração óssea em ortopedia, odontologia, cirurgias maxilofaciais e aplicações de engenharia tecidual. O estudo concluiu que todos os scaffolds foram altamente citocompatíveis em relação aos osteoblastos humanos, com ênfase nos BCP duplamente dopados com Sr e Mg, que provocaram desempenhos biológicos *in vitro* próximos a uma das superfícies padrão dedicadas para culturas de células. Desta maneira, tais materiais são fortes candidatos para aplicações como soluções futuras viáveis para reconstrução e substituição de tecidos ósseos, todavia, testes biológicos mais perspicazes, empregando experimentos de diferenciação celular juntamente com investigações de liberação de íons são necessários para completar a imagem de seu potencial biofuncional.

Somers et al. (2023) sintetizaram pós de β -TCP puros e dopados com magnésio (Mg), estrôncio (Sr), prata (Ag) e Cobre (Cu) pela técnica de precipitação aquosa com o intuito de imprimir scaffolds macroporosos via manufatura aditiva pelo processo Direct Ink Writing (DIW) e e comparar as propriedades mecânicas do β -TCP não dopado e dopado. Após sínteses bem-sucedidas de duas composições co-dopadas, Mg-Sr (2,0–2,0 mol%) e Mg-Sr-Ag-Cu (2,0-2,0-0,1-0,1mol%) caracterizações físico-químicas completas foram realizadas. As análises de Difração de Raios -X (DRX) e Espectroscopia no Infravermelho (IR) mostraram ausência de fases secundárias e boa incorporação de dopantes na estrutura do β -TCP. O processo DIW implementado permitiu imprimir scaffolds macroporosos com as pastas β -TCP dopadas ou não dopadas otimizadas. Além disso, foi utilizado o processo

de secagem osmótica permitindo otimizar o processo de secagem e obter peças de β -TCP com defeitos aparentes limitados. Análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM) das amostras mostraram uma redução de macroporos e microfissuras nos scaffolds usando pós β -TCP co-dopados em comparação com o não dopado. Além disso, melhor resistência à compressão e densidades foram observadas para andaimes β -TCP co-dopados com um aumento significativo em comparação com os dados da literatura. Neste sentido, tais resultados podem ajudar a otimizar o desenvolvimento de substitutos ósseos personalizados sob demanda com força suficiente para serem colocados em áreas de suporte de carga do corpo humano. Também foi demonstrado que o processo desenvolvido foi aplicado sucessivamente para produzir formas mais complexas como grânulos ósseos tetrápodes abrindo novas possibilidades para estudar a regeneração óssea com substitutos ósseos sintéticos.

Wu et al. (2023) sintetizaram nanopartículas de β -TCP dopadas com estrôncio (Sr) sintetizadas pelo método químico úmido, avaliando a composição e evolução das fases, os parâmetros da célula unitária e a morfologia das amostras antes e depois de sinterizadas. O estudo concluiu que o precursor hidroxiapatita deficiente em cálcio (CDHA) foi totalmente convertido em β -TCP após ser sinterizado a 850 °C por 2 h. O grau de aglomeração de CDHA foi reduzido e o tamanho de partícula de β -TCP correspondente tornou-se menor. A composição das fases mostrou que as impurezas de hidroxiapatita e beta pirofosfato de cálcio (β -CPP) no β -TCP mudaram com o aumento da concentração de dopagem Sr^{2+} . Além disso, a impureza do β -CPP no β -TCP revelou uma descontinuidade na razão molar $\text{Sr}/(\text{Sr} + \text{Ca})$. Neste sentido, o estudo concluiu que a composição e a morfologia do β -TCP dopado com diferentes concentrações de Sr^{2+} foram esclarecidas, o que poderia fornecer um suporte para a regulação precisa do Sr-TCP. Além do mais, o mecanismo de transição de fase pode oferecer uma nova visão sobre a preparação de β -TCP dopado com outros elementos usando o método químico úmido.

CONCLUSÃO

Nos últimos 8 anos, foi crescente o número de pesquisas científicas relacionadas ao beta fosfato tricálcico dopado com estrôncio. Os resultados apresentados com o mapeamento tecnológico revelaram que há um total de 16 artigos científicos sobre β -TCP indexados nas bases de periódicos. Analisando os países envolvidos nas publicações constatou-se que a China é o país que mais possui artigos científicos publicados na área, somando 5 publicações. A maior parte das aplicações é voltada para o campo dos biomateriais, principalmente para o desenvolvimento de scaffolds, onde o principal método de síntese é o método de precipitação química.

DECLARAÇÃO DE INTERESSES

Os autores do artigo declaram que não possuem conflitos de interesses de ordem financeira, comercial, política, acadêmica e pessoal.

REFERÊNCIAS

Almeida, C. M.; Ribeiro, J. S.; Meereis, C. T. W.; Ogliari, A. O.; Noremberg, B. S.; Ogliari, F. A.; Michelon, D.; Lund, R. G. β -TCP nanoparticles doped with antimicrobial agents as an orthodontic adhesive component. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, v. 110, p.102896, 2021.

Besleaga, C.; Nan, B.; Popa, A. C.; Balescu, L. M.; Nedelcu, L.; Neto, A. N.; Pasuk, L.; Leonat, L.; Popescu-Pelin, G.; Ferreira, J. M. F.; Stan, G. E. **Sr and Mg Doped Bi-Phasic Calcium Phosphate Macroporous Bone Graft Substitutes Fabricated by Robocasting: A Structural and Cytocompatibility Assessment**. *Journal of Functional Biomaterials*, vol. 13, 2022.

Boanini, E.; Panzavolta, S.; Rubini, K.; Gandolfi, M.; Bigi, A. **Effect of strontium and gelatin on the reactivity of α -tricalcium phosphate**. *Acta Biomaterialia*, v. 6, n. 3, p. 936-942, 2010.

Boanini, E.; Gazzano, M.; Nervi, C.; Chierotti, M. R.; Rubini, K.; Gobetto, R.; Bigi, A. **Strontium and Zinc Substitution in β -Tricalcium Phosphate: An X-ray Diffraction, Solid State NMR and ATR-FTIR Study**. *Journal of Functional Biomaterials*, vol. 10, n. 2, 2019.

Bohner, M.; Santoni, B. L. G.; Döbelin, N. **β -tricalcium phosphate for bone substitution: Synthesis and properties**. *Acta Biomaterialia*, vol.113, p.23-41, 2020.

Canillas, M.; Aza, A. H.; Rodríguez, M. A. **Calcium Phosphates in Biomedical Engineering**. *Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses*, v. 3, p. 595-600, 2021.

Chair, H.; Labjar, H.; Britel, O. **Synthesis of β -tricalcium phosphate**. *Morphologie*, v. 101, n. 334, p.120-124, 2017.

Chim, H.; Gosain, A. K. **Biomaterials in craniofacial surgery: experimental studies and clinical application**. *Journal of Craniofacial Surgery*, Vol. 20, n. 1, p. 29-33, 2009.

Deyneko, D. V.; Fadeeva, I. N.; Borovikova, E. Y.; Dzhevakov.; Slukin.; Zheng, Y.; Xia, D.; Lazoryak, B. I.; Rau, J. V. **Antimicrobial properties of co-doped tricalcium phosphates $\text{Ca}_{3-2x}(\text{M}'\text{M}'')_x(\text{PO}_4)_2$ (M = Zn^{2+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} and Sr^{2+})**. *Ceramics International*, vol. 48, n. 20, p. 29770-29781, 2022.

Dorozhkin, S. V. **Calcium Orthophosphate (CaPO_4) Scaffolds for Bone Tissue Engineering Applications**. *Journal of Biotechnology and Biomedical Science*, v. 1, n. 3, p. 25-93, 2018.

Fadeeva, I. V.; Deyneko, D. V.; Forsenkova, A. A.; Morozov, V. A.; Akhmedova, S. A.; Kirsanova, V. A.; Sviridova, I. K.; Sergeeva, N. S.; Rodionov, S. A.; Udyanskaya, I. L.; Antoniac, I. V.; Rau, J. V. **Strontium Substituted β -Tricalcium Phosphate Ceramics: Physicochemical Properties and Cytocompatibility.** *Molecules*, vol. 27, n. 18, 2022.

Farias, J. R. S.; Carvalho, G. K. G.; Braga, A. N. S. **Cerâmicas de fosfatos de cálcio bifásicas: uma revisão.** *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v.15, n. 2, p. 54-70, 2020.

Hutmacher, D. W.; Schantz, J. T.; Lam, C. X. F.; Tan, K. G.; Lim, T. C. **State of the art and future directions of scaffold-based bone engineering from a biomaterials perspective.** *Journal of Tissue Engineering and Regenerative Medicine*, vol.1, n°4, p.245-260, 2007.

Jodati, H.; Yilmaz, B.; Evis, Z. **A review of bioceramic porous scaffolds for hard tissue applications: Effects of structural features.** *Ceramics International*, v. 46, n. 10, parte B, p. 15725-15739, 2020.

Kakihana, M.; Okubo, T.; Arima, M.; Nakamura, Y.; Yashima, M.; Yoshimura, M. **Polymerized complex route to the synthesis of pure SrTiO₃ at reduced temperatures: implication for formation of Sr-Ti heterometallic citric acid complex.** *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, v. 12, 1998..

Kazemi, M.; Dehghan, M. M.; Azami, M. **Biological evaluation of porous nanocomposite scaffolds based on strontium substituted β -TCP and bioactive glass: An in vitro and in vivo study.** *Materials Science and Engineering: C*, vol. 105, 2019.

Kim, S. M.; Yoo, K. H.; Kim, H.; Kim, Yong-II, Yoon, S. Y. **Simultaneous Substitution of Fe and Sr in Beta-Tricalcium Phosphate: Synthesis, Structural, Magnetic, Degradation, and Cell Adhesion Properties.** *Materials*, vol. 5, n.13, 2022.

Kozelskaya, A.I.; Kulkova, S. E.; Fedotkin, A. Y.; Bolbasov, E. N.; Zhukov, Y. M.; Stipniece, L.; Bakulin, A. V.; Useinov, A. S.; Shesterikov, E. V.; Locs, J.; Tverdokhlebov, S. I. **Radio frequency magnetron sputtering of Sr- and Mg-substituted β tricalcium phosphate: Analysis of the physicochemical properties and deposition rate of coatings.** *Applied Surface Science*, vol.509, p.144763, 2020.

Laskus, A.; Kolmas, J. **Ionic Substitutions in Non-Apatitic Calcium Phosphates.** *International Journal of Molecular Sciences*, v. 18, n. 12, 2017.

Liang, L. **Filtration and Separation.** In: **Standard handbook of hazardous waste treatment and disposal.** FREEMAN, H Ed. McGraw-Hill, 2ed., 1997.

Liu, X; Ma, P. X. **Polymeric Scaffolds for Bone Tissue Engineering.** *Ann. Biomed. Eng*, vol. 32, p.477-486, 2004.

Liu, W. C.; Hu, C. C.; Tseng, Y. Y.; Sakthivel, R.; Fan, K. S.; Wang, A. N.; Chung, R. J. **Study**

on strontium doped tricalcium silicate synthesized through sol-gel process. Materials Science and Engineering: C, v. 108, 2020.

Mazumder, S.; Nayak, A. K.; Ara, T. J.; Hasnain, M. S. **Hydroxyapatite composites for dentistry. Applications of Nanocomposite Materials in Dentistry.** 2019, Pages 123-143.

Neves, N., Linhares, D., Costa, G., Ribeiro, C.; Barbosa, M. **In vivo and clinical application of strontium-enriched biomaterials for bone regeneration: a systematic review.** Bone & Joint Research, v.6, p.366-375, 2017.

Oliveira, L. S. A. F.; Oliveira, C. S.; Machado, A. P. L.; Rosa, F. P. **Biomateriais com aplicação na regeneração óssea – método de análise e perspectivas futuras.** Revista de Ciências Médicas e Biológicas, vol. 9, p.37-44, 2010.

Punj, S.; Singh, J.; Singh, K. **Ceramic biomaterials: Properties, state of the art and future prospectives.** Ceramics International, v.47, p.28059-28074, 2021.

Rau, J. V.; Fadeeva, I. V.; Forysenkova, A. A.; Davydova, G. A.; Fosca, M.; Filippov, Y. Y.; Antoniac, I. V.; Antoniac, A.; D'Arco, A.; Di Fabricio, M.; Petrarca, M.; Lupi, S.; Yankova, V. G.; Putlayev, V. I.; Cristea, M. B. **Strontium Substituted Tricalcium Phosphate Bone Cement: Short and Long-Term Time-Resolved Studies and In Vitro Properties.** Advanced Materials Interfaces, 2022.

Schatkoski, V. M.; Montanheiro, T. L. A.; Menezes, B. R. C.; Pereira, R. M.; Rodrigues, K. F.; Ribas, R. G.; Silva, D. M.; Thim, G. P. **Current advances concerning the most cited metal ions doped bioceramics and silicate-based bioactive glasses for bone tissue engineering.** Ceramics International, v.47, p.2999-3012, 2021.

Singh, S. S.; Roy, A.; Lee, B.; Kumta, P. N. **Study of hMSC proliferation and differentiation on Mg and Mg–Sr containing biphasic β -tricalcium phosphate and amorphous calcium phosphate ceramics.** Materials Science and Engineering C. vol.64, p.219- 228, 2016.

Somers, N.; Jean, F.; Lasgorceix, M.; Preux, N.; Delmotte, C.; Boilet, L.; Petit, F.; Leriche, A. **Fabrication of doped β -tricalcium phosphate bioceramics by Direct Ink Writing for bone repair applications.** Journal of the European Ceramic Society, vol. 43, n. 2, p. 629-638, 2023.

Sugimoto, H.; Inagaki, Y.; Furukawa, A.; Kira, T.; Kawasaki, S.; Uchihara, Y.; Akahane, M.; Tanaka, Y. **Silicate/zinc-substituted strontium apatite coating improves the osteoinductive properties of β -tricalcium phosphate bone graft substitute.** BMC Musculoskeletal Disorders, vol.22, n°673, 2021.

Tao, Z. S.; Zhou, W. S.; Xu, H. G.; Yang, M. **Aspirin modified strontium-doped β -tricalcium phosphate can accelerate the healing of femoral metaphyseal defects in ovariectomized rats.** Biomedicine & Pharmacotherapy, v. 132, 2020.

Tohidnezhad, M.; Kubo, Y.; Lichte, P.; Heigl, T.; Roch, D.; Pour, N. B.; Bergmann, C.; Sönmez, T. T.; Hock, J. V. P.; Fragoulis, A.; Gremse, F.; Rosenhain, S.; Slowik, A.; Bienert, M.; Kweider, N.; Wruck, C. J.; Jahr, H.; Hildebrand, F.; Pape, H. C.; Neuß, S.; Fischer, H.; Pufe, T. **Effects of Strontium-Doped -Tricalcium Scaffold on Longitudinal Nuclear Factor- Kappa Beta and Vascular Endothelial Growth Factor Receptor-2 Promoter Activities during Healing in a Murine Critical-Size Bone Defect Model.** International Journal of Molecular Sciences, vol. 21, n°3208, 2020.

Wang, J.; Qian, J.; Xu, W.; Wang, Y.; Hou, G.; Sun, T.; Luo, L. **Effects of Sr²⁺/Zn²⁺ co-substitution on crystal structure and properties of nano-βtricalcium phosphate.** Ceramics International, vol.44, n°6, 6096–6103, 2018.

Wang, M; Ge, X; Cui, Z; Wu, S; Zhu, S; Liang, Y; Li, Z; Lu, W. **Influences of strontium on the phase composition and lattice structure of biphasic calcium phosphate.** Ceramics International. 2021.

Wu, Y.; Zhang, S.; Sun, L.; Lu, Y.; Jiang, Y.; Xiao, G. **Strontium doping stimulates the phase composition and evolution of β-tricalcium phosphate prepared by wet chemical method.** Journal of Solid State Chemistry, v.318, 2023.

CAPÍTULO 2

INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DA SOLUÇÃO NA OBTENÇÃO DE MULITA POR MEIO DA ROTA SOL-GEL

José Rosa de Souza Farias¹

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/9404467330103347>

Geysivana Késsya Garcia Carvalho²

Christus Faculdade do Piauí (CHRISFAPI), Piripiri, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/0242153749540840>

Gabriel Lima Bastos³

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<https://lattes.cnpq.br/2549357911573252>

Erica Ianne da Silva Sousa⁴

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/4888137102478661>

Ycaro Breno Alves de Almeida⁵

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/4070307554924095>

Veruska do Nascimento Simões⁶

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Sumé, Paraíba

<http://lattes.cnpq.br/1149592827133122>

Elaine Ferreira dos Santos Fernandes⁷

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

<http://lattes.cnpq.br/3325233130338911>

Ketelly Estefane da Silva Alves⁸

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

<http://lattes.cnpq.br/0511638279355579>

Hitalo de Jesus Bezerra da Silva⁹

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

<http://lattes.cnpq.br/4510351692039237>

Humberto Denys de Almeida Silva¹⁰

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

<http://lattes.cnpq.br/0272180920811513>

Valdeci Bosco dos Santos¹¹

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 Braga¹²

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, Paraíba

<http://lattes.cnpq.br/2429557575387821>

RESUMO: Mullita sintética é um material que tem recebido atenção especial devido às suas propriedades químicas, físicas e mecânicas, que estão correlacionadas com o método de síntese utilizado. Dentre os métodos químicos de síntese, o interesse pelo método sol-gel tem crescido no meio da comunidade científica. A maior motivação para tal interesse é o fato desta técnica proporcionar a obtenção de pós com elevada pureza e homogeneidade química e também as baixas temperaturas de processamento. Sendo assim, este trabalho teve por objetivo a análise da influência da concentração da solução, da temperatura de calcinação e do tipo de solvente, na obtenção de mullita por meio da rota sol-gel. Foi analisada a influência dos solventes água, álcool etílico, álcool isopropílico e tetrahidrofurano (THF), na obtenção da mullita. As amostras foram caracterizadas por difração de raios X (DRX) e análise térmica (TG e ATD). Os resultados mostraram a forte influência dos parâmetros estudados, onde a mullita cristalizou para todos os solventes estudados, dependendo do controle da concentração da solução e da temperatura.

PALAVRAS-CHAVE: Mullita. Síntese. Sol-Gel

INFLUENCE OF SOLUTION CONCENTRATION ON THE SYNTHESIS OF MULLITE VIA SOL-GEL ROUTE

ABSTRACT: Synthetic mullite is a material that has garnered special attention due to its chemical, physical, and mechanical properties, which are closely related to the synthesis method used. Among the chemical synthesis methods, interest in the sol-gel method has been growing within the scientific community. The primary motivation for this interest is the technique's ability to produce powders with high purity and chemical homogeneity, as well as lower processing temperatures. Therefore, this study aimed to analyze the influence

of solution concentration, calcination temperature, and solvent type on mullite obtained through the sol-gel route. The influence of solvents, including water, ethyl alcohol, isopropyl alcohol, and tetrahydrofuran (THF), on mullite synthesis was investigated. Samples were characterized using X-ray diffraction (XRD) and thermal analysis (TG and DTA). The results highlighted the significant influence of the studied parameters, as mullite crystallized for all solvents investigated, depending on the control of solution concentration and temperature.

KEY-WORDS: Mullite. Synthesis. Sol-Gel.

INTRODUÇÃO

Mullita é o único composto cristalino estável à pressão atmosférica no sistema Al_2O_3 - SiO_2 (Davis e Pask, 1971). A mullita cristaliza em uma estrutura ortorrômbica e é comumente usada em produtos industriais refratários devido à sua alta estabilidade térmica, mesmo em condições adversas (Schneider et al., 2008; Fischer et al., 2012), mas também é considerado em muitas outras aplicações, incluindo cerâmica avançada (Roy et al., 2022).

Os mecanismos das reações para a formação da mullita podem variar consideravelmente de acordo com os precursores e os métodos empregados (Schneider et al., 1994). Onde, o método químico mais utilizado para produção de mullita é o método sol-gel.

O processamento sol-gel é uma rota de síntese baseada em uma solução para obter materiais híbridos, materiais cerâmicos, orgânicos-inorgânicos, vidros em pó, aerogéis, fibras e filmes. Essa rota de processamento possui várias vantagens sobre as rotas tradicionais de processamento, tais como: baixas temperaturas, homogeneidade química, controle estequiométrico, fácil processamento de vários componentes, alta pureza dos produtos finais, etc (Chaturvedi e Islam, 2021).

No processo sol-gel, os géis são preparados via hidrólise e condensação de alcóxidos ou compostos de metais hidrolisáveis com água e/ou álcoois como meio líquido (Livage et al., 1988) (Brinker et al., 1990). A estrutura e a morfologia do óxido resultante dependem fortemente da contribuição relativa de cada reação (hidrólise e condensação) e podem ser ajustadas às condições experimentais relacionadas a parâmetros internos (natureza do átomo metálico e dos grupos alquila, estrutura do precursor) e externos (razão água/alcóxido, catalisador, concentrações, solvente, temperatura) (Livage et al., 1988).

Desse modo, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência de diferentes solventes e concentrações das soluções, nas características finais da mullita obtida pelo método sol-gel.

METODOLOGIA

Para a preparação da mulita foi estudado a influência dos solventes utilizados e da concentração das soluções. Foram analisados cinco solventes distintos, sendo estes: álcool etílico, álcool isopropílico, THF, água acidificada (foi usado ácido clorídrico, deixando-a com $\text{pH} \cong 2$) e água basificada (foi usado hidróxido de amônio, deixando-a com $\text{pH} \cong 12$). Foram estudados dados da literatura (Yoshida et al., 2010; Zhang et al., 2009; Kurajica et al., 2011, Braga et al., 2021) e analisado as quantidades dos reagentes usados na síntese de mulita pelo método sol gel.

Comparando-se valores da literatura com os valores usados nesse trabalho, classificou-se as soluções como de baixa concentração. As soluções com baixa concentração foram realizadas da seguinte maneira: 100 ml do solvente em um balão volumétrico de 3 bocas, a uma temperatura de 60°C (temperatura controlada por termômetro) sobre uma placa de aquecimento.

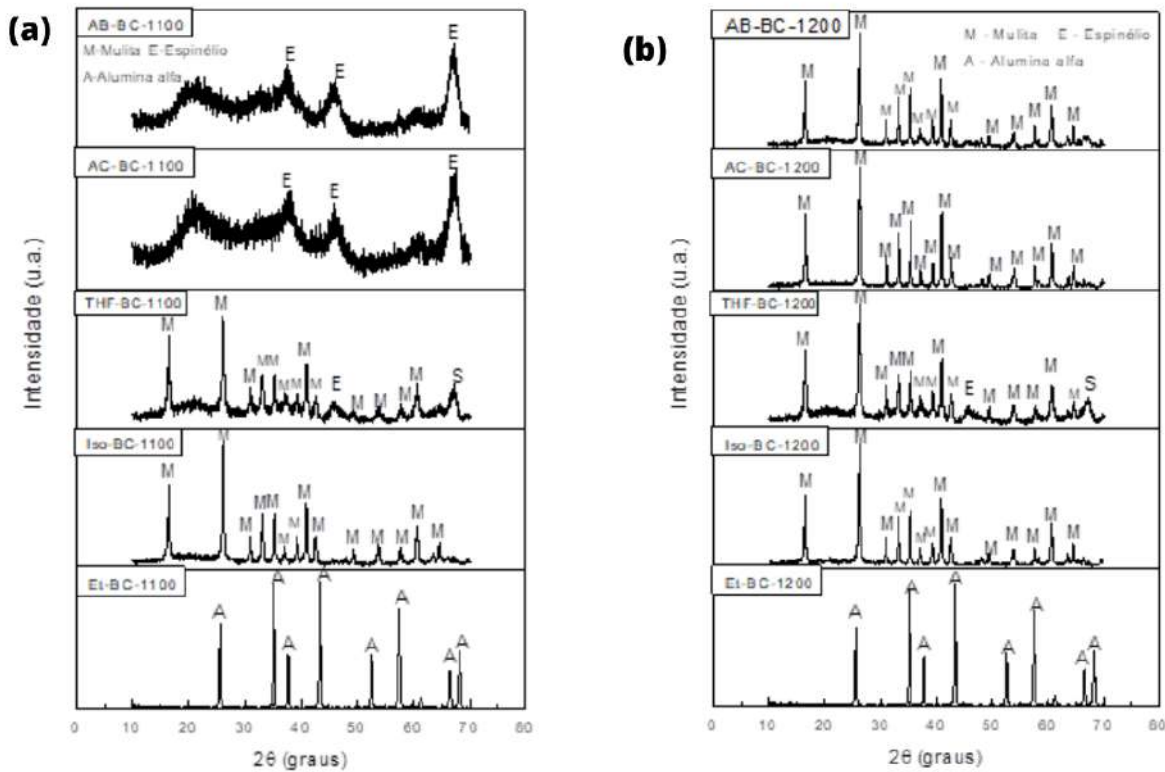
Então, foi adicionado à solução 5,21 ml de TEOS e 28,17 g de nitrato de alumínio. Este sistema foi mantido sob refluxo durante 5 dias com agitação constante e temperatura controlada em 60°C . Passados os 5 dias, a solução obtida foi mantida em estufa por mais 4 dias, também com temperatura controlada em 60°C , formando um gel. Passados os 4 dias na estufa usando os diferentes solventes, os géis obtidos foram calcinados a $450^\circ\text{C}/2$ horas, com taxa de aquecimento de $5^\circ\text{C}/\text{min}$, para eliminação da matéria orgânica. Em seguida, os pós obtidos foram desaglomerados em um almofariz, passados em peneira ABNT n°200 (0,074mm) e calcinados nas temperaturas de 1100°C e 1200°C , durante 2 horas, com taxa de aquecimento de $5^\circ\text{C}/\text{min}$, para obtenção da fase mulita.

A nomenclatura adotada para descrever as amostras sintetizadas foi a seguinte: X-Y-Temperatura, onde, X representa o solvente utilizado (Et, álcool etílico; Iso, álcool isopropílico; THF, THF; AC, água acidificada; AB, água básica); Y representa a concentração (BC, baixa concentração); Temperatura, representa a temperatura de calcinação.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

As Figuras 1(a) e 1(b) ilustram os difratogramas de raios X das amostras Et-BC, Iso-BC, THF-BC, ACBC, AB-BC, que foram sintetizadas em baixa concentração, utilizando como solventes o álcool etílico, álcool isopropílico, THF, água acidificada e água basificada, calcinadas em $1100^\circ\text{C}/2\text{h}$ e $1200^\circ\text{C}/2\text{h}$, respectivamente.

Figura 1. Difratogramas de raios X das amostras Et-BC, Iso-BC, THF-BC, AC-BC, AB-BC, que foram sintetizadas em baixa concentração, utilizando como solventes o álcool etílico, álcool isopropílico, THF, água acidificada e água basificada, respectivamente calcinadas em 1100°C/2h (a) e 1200°C/2h. (b)



De acordo com os difratogramas da Figura 1, analisando primeiramente a amostra Et-BC, que foi sintetizada usando álcool etílico como solvente, percebe-se que para ambas as temperaturas de calcinação, 1100°C e 1200°C, ocorreu a formação apenas da alumina. Provavelmente, isso se deu devido a elevada constante dielétrica do etanol (24,3), favorecendo uma maior dissolução dos íons, evitando a formação de núcleos de mulita e impedindo sua cristalização. Ao se usar o álcool isopropílico (Amostra Iso-BC) ocorreu a formação da mulita para ambas as temperaturas de calcinação, sem a formação de espinélio, com cristalinidade de 72,0% e 81,6% (Tabela 1) para as temperaturas 1100°C e 1200°C, respectivamente, constatando alta homogeneidade do sistema. Apesar dos álcoois etílico e isopropílico terem moléculas muito parecidas, apresentaram padrões de difração totalmente diferentes. Essa diferença nas fases obtidas pode ser explicada pelos diferentes valores da constante dielétrica dos álcoois. Onde o álcool isopropílico apresenta um valor de constante dielétrica (18,3) menor do que a do álcool etílico, o que provavelmente favoreceu a formação de pequenos núcleos de mulita, que durante a secagem serviram como pontos para nucleação heterogênea e crescimento da mulita.

Quando o THF foi usado como solvente (amostra THF-BC) também ocorreu a cristalização da mulita, juntamente com uma discreta formação de espinélio, para ambas as temperaturas de calcinação, com cristalinidade de 50,9% para 1100°C e de 61,3% para 1200°C. Quando se utilizou a água acidificada (AC-BC) como solvente, percebe-se que na temperatura de 1100°C há bandas de material amorfo e reflexões relacionadas a fase espinélio, com uma cristalinidade de 30,7%. Com a elevação da temperatura para 1200°C a fase mulita é cristalizada, sem a formação de espinélio, com cristalinidade de 82,5%. Quando se utilizou a água basicada (AB-BC-GL) como solvente os padrões foram semelhantes aos da água acidificada, ou seja, em 1100°C a amostra ainda é praticamente amorfa, com cristalinidade de 32,1%, e com a elevação da temperatura para 1200°C a mulita é formada, sem a presença de espinélio, com aumento da cristalinidade para 75,5%.

Em trabalho anteriormente publicado (Braga, 2021) para síntese de mulita em alta concentração utilizando o álcool etílico como solvente, ocorreu a cristalização da mulita já na temperatura de 1100°C, com discreta formação de espinélio. Ao aumentar a temperatura para 1200°C a fase mulita foi formada com alta cristalinidade e sem a formação de espinélio. Diferentemente do que ocorreu neste trabalho, quando da síntese em baixa concentração, onde apenas a alumina foi formada. Isso ocorreu, provavelmente, pois ao aumentar a concentração da solução, aumenta-se também a quantidade dos íons de Al e Si, diminuindo o espaço entre eles, facilitando a formação das ligações Al-O-Si, e assim cristalizando a mulita. Porém, de acordo com estudo anterior (Braga, 2021), para os demais solventes a concentração da solução não influenciou nos resultados.

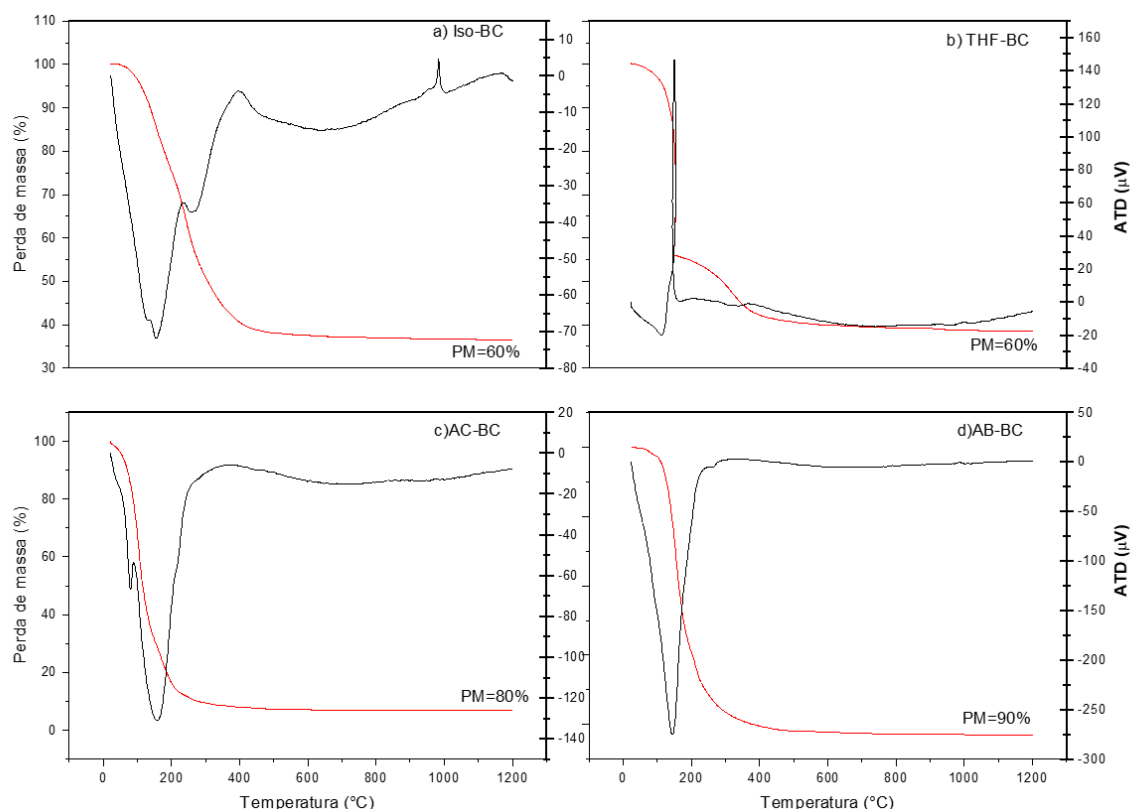
A Tabela 1 apresenta os valores de cristalinidade das amostras calcinadas a 1100°C e a 1200°C, sintetizadas em baixa concentração. Com exceção da amostra que usou o álcool etílico como solvente, pois não cristalizou a mulita. Onde, os melhores valores de cristalinidade são obtidos pelas amostras sintetizadas com o álcool isopropílico e com água acidificada, e a amostra sintetizada com THF apresentou o menor valor, como constatado anteriormente pelos difratogramas.

Tabela 1. Cristalinidade das amostras sintetizadas em baixa concentração, calcinadas a 1100°C e a 1200°C.

Amostras	Cristalinidade (%)	
	1100 °C	1200 °C
Iso-BC	72,0	81,6
THF-BC	50,9	61,3
AC-BC	30,7	82,5

De acordo com os difratogramas de raios X de todas as amostras obtidas, apenas a amostra Et-BC não cristalizou a fase mulita, portanto tal amostra não foi analisada quanto ao seu comportamento térmico, por TG e ATD. A Figura 2 apresenta as curvas de TG e ATD das amostras que foram sintetizadas em baixa concentração.

Figura 2. Curvas de TG e ATD das amostras a) Iso-BC, b) THF-BC, c) AC-BC e d) AB-BC, que foram sintetizadas em baixa concentração, utilizando como solventes o álcool isopropílico, THF, água acidificada e água basicada, respectivamente.



Analisando as curvas de TG das amostras percebe-se uma similaridade, onde o processo de decomposição ocorreu em faixas de temperaturas semelhantes.

Para a amostra Iso-BC, Figura 2a, que foi sintetizada usando o álcool isopropílico, a decomposição ocorreu em duas etapas. A primeira etapa iniciou em aproximadamente 50°C até 200°C, correspondendo a perda de água e do álcool. A segunda etapa que ocorreu em aproximadamente 200°C até 500°C, é referente a combustão de matéria orgânica e da decomposição dos precursores metálicos (TEOS e nitrato). Essa amostra apresentou uma perda de massa de 60%. A curva de ATD da amostra Iso-BC apresentou um grande pico endotérmico em 161°C e outro de menor intensidade em 262°C, referentes às perdas de massa. Com uma pequena banda exotérmica em aproximadamente 400°C, referente à formação dos óxidos de alumínio e de silício. Apresentou também outro pico exotérmico em 985°C, que corresponde ao início da cristalização da mulita. Apenas essa amostra Iso-BC,

apresentou esse pico em 985°C, devido a sua maior cristalinidade, evidenciada na Tabela 1.

Para a amostra THF-BC, que foi sintetizada usando THF como solvente, a primeira etapa ocorreu no intervalo de 50°C até 140°C, e a segunda etapa no intervalo de 140°C até 500°C. Ambas as etapas correspondem às mesmas perdas que ocorreram com a amostra Iso-BC. A perda de massa dessa amostra também foi de 60%. A curva de ATD da amostra THF-BC apresentou um pico exotérmico em aproximadamente 140°C, que é referente a formação da rede de ligações Si-O-Si e Al-O-Al, devido a rápida liberação do solvente THF. Nota-se também um discreto ombro exotérmico, em aproximadamente 400°C, atribuído à formação dos óxidos.

As amostras AC-BC e AB-BC, que usaram água acidificada e basificada como solventes, respectivamente, apresentaram uma maior similaridade, com perdas de massa na mesma faixa de temperatura, e em uma única etapa. Iniciando em 60°C até 500°C, referentes às mesmas perdas que ocorreram nas amostras Iso-BC e THF-BC. Essas amostras apresentaram perdas de massa de 80% a 90%. A curva de ATD da amostra AC-BC apresentou dois picos endotérmicos em 90,5°C e 162°C, e a amostra AB-BC também apresentou um pico endotérmico em aproximadamente 121°C, ambos associados as perdas de massa.

Analisando as curvas de TG e ATD das amostras, e comparando com os resultados da literatura para alta concentração (Braga, 2021), percebe-se que a concentração não influenciou nos resultados, onde ao se usar o álcool isopropílico, por exemplo, a temperatura de início da cristalização da mulita é a mesma tanto para baixa como alta concentração, sendo de 981°C, corroborando com os resultados de difração de raios X. As amostras apresentaram aproximadamente as mesmas quantidades de perdas de massa, e as perdas são associadas com as mesmas decomposições e faixas de temperaturas que se observou na síntese com alta concentração (Braga, 2021).

CONCLUSÃO

O método sol-gel é eficaz na obtenção de mulita. Porém, a concentração da solução e o tipo de solvente tem influência nas fases formadas durante a cristalização da mulita. O álcool etílico foi o único solvente que não formou a fase desejada em baixa concentração. Para os demais solventes não foi visto diferenças significativas nos resultados obtidos comparando a baixa e alta concentração das soluções. De todos os solventes estudados, conclui-se que o álcool isopropílico é o melhor solvente para síntese de mulita por sol-gel com baixa concentração da solução

DECLARAÇÃO DE INTERESSES

Os autores do artigo declaram que não possuem conflitos de interesses de ordem financeira, comercial, política, acadêmica e pessoal.

REFERÊNCIAS

Braga, A. N. S.; Carvalho, G. K. G.; Lira, H. L.; Neves, G. A.; Menezes, R. R. **Influência de diferentes solventes na síntese de mullita por sol-gel**. Revista Matéria, vol. 26, n. 2, 2021.

Brinker, C.J.Scherer, G.W. **Sol-Gel Science: The physics and chemistry of sol-gel processing**. Boston, EUA: Academic Press, 1990, 908 p.

Chaturvedi, R.; Islam, A. **Sol-Gel synthesis of mullite coatings**. Materials Today: Proceedings, vol.37, n. 2, p.3130-3134, 2021.

Davis, R.F., Pask, J.A. **Mullite**. Refractory Materials., vol. 5, n. 4, p. 37–76, 1971.

Fischer, R.X., Gaede-Köhler, A., Birkenstock, J., Schneider, H. **Mullite and mullite-type crystal structures**. International Journal of Materials Research, vol. 103, n. 4, p. 402-407, 2012.

Kurajica, S.; Tkalcec, E.; Mandic, V.; Schmauch, J. **Mullite crystallization kinetics of lanthanum doped sol-gel derived precursors**. Journal of the European Ceramic Society, vol.31, p.377-383, 2011.

Livage, J.; Henry, M.; Sanchez, C. **Sol-Gel chemistry of transition metal oxides**. Progress in Solid State Chemistry, vol. 18, p. 259-341, 1988.

Roy, R.; Das, D.; Rout, P.K. **A Review of Advanced Mullite Ceramics**. Engineered Science Publisher, vol.18, p. 20-30, 2022.

Schneider, H.; Okada, K.; Pask, J. **Mullite and mullite ceramics**. John Wiley & Sons, 1994.

Schneider, H.; Schreuer, J.; Hildmann, B. **Structure and properties of mullite—a review**. Journal of the European Ceramic Society, vol. 28, n. 2, p. 329-344, 2008.

Yoshida, K.; Hyuga, H.; Kondo, N.; Kita, H. **Synthesis of precursor for fibrous mullite powder by alkoxide hydrolysis method**. Materials Science and Engineering B, vol.173, p.66-71, 2010.

Zhang, Y.; Ding, Y.; Gao, J.; Yang, J. **Mullite fibres prepared by sol gel method using polyvinyl butyral**. Journal of the European Ceramic Society, vol.29, p.1101-1107, 2009.

CAPÍTULO 3

AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DE RESÍDUOS INDUSTRIAL/AGROINDUSTRIAL NA PRODUÇÃO DE ARGAMASSA CIMENTÍCIA

Elaine Ferreira dos Santos Fernandes¹;

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

<http://lattes.cnpq.br/3325233130338911>

Érica Karine Alves de Lima²;

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

<http://lattes.cnpq.br/8186490901865658>

Ketelly Estefane da Silva Alves³;

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

<http://lattes.cnpq.br/0511638279355579>

Maria Elayne Rodrigues Alves⁴;

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

<http://lattes.cnpq.br/6730439235097176>

Hitalo de Jesus Bezerra da Silva⁵;

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

<http://lattes.cnpq.br/4510351692039237>

José Rosa de Souza Farias⁶;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/9404467330103347>

Naiara de Oliveira Sobrinho⁷;

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

<http://lattes.cnpq.br/7424869309285748>

Geysivana Késsya Garcia Carvalho⁸;

Christus Faculdade do Piauí (CHRISFAPI), Piripiri, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/0242153749540840>

Maysa Memória Martins⁹;

Christus Faculdade do Piauí (CHRISFAPI), Piripiri, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/6769980781249691>

Veruska do Nascimento Simões¹⁰;

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Sumé, Paraíba

<http://lattes.cnpq.br/1149592827133122>

Aluska do Nascimento Simões Braga¹¹;

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, Paraíba

<http://lattes.cnpq.br/2429557575387821>

Valdeci Bosco dos Santos¹².

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

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

<http://lattes.cnpq.br/0011700686113389>

RESUMO: O presente trabalho teve por objetivo o desenvolvimento de argamassa cimentícia com dupla presença de resíduos (vidro e FT-fibra tratada de coco babaçu), visando-se contribuir para a sustentabilidade. Por Microscopia eletrônica de varredura, FT apresentou uma superfície rugosa e sem impurezas. Fluorescência de raios-X confirma a característica pozolânica ($\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 > 50\%$) do pó de vidro. Argamassas nomeadas de 0%/FT (0% de pó de vidro e 0,5% de adição de FT) e 10%/FT (10% de pó de vidro e 0,5% de adição de FT) foram preparadas. Para 0%/FT e 10%/FT, foram obtidas as consistências das massas de 27 e 29 cm, respectivamente. Argamassas apresentaram a resistência à compressão de $14,3 \pm 0,5$ MPa (0%/FT) e $13,3 \pm 1,4$ MPa (10%/FT), não havendo estatisticamente diferença significativa. Esse estudo pode contribuir para a gestão do descarte destes resíduos, redução do cimento e da diminuição do impacto ao meio ambiente.

PALAVRAS-CHAVE: Vidro reciclado. Fibra de babaçu. Argamassa. Resistência Compressão. Sustentabilidade.

EVALUATION OF THE PERFORMANCE OF INDUSTRIAL/AGROINDUSTRIAL RESIDUES IN THE PRODUCTION OF CEMENTITIOUS MORTAR

ABSTRACT: The objective of this work was to develop a cementitious mortar with a double presence of residues (glass and FT-fiber treated from babassu coconut), with the aim of contributing to sustainability. By Scanning electron microscopy, FT showed a rough surface with no impurities. X-ray Fluorescence confirms the pozzolanic characteristic ($\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 > 50\%$) of the glass powder. Mortars named 0%/FT (0% glass powder and 0.5% FT addition) and 10%/FT (10% glass powder and 0.5% FT addition) were prepared. For 0%/FT and 10%/FT, consistency of the masses of 27 and 29 cm, respectively, were

obtained. Mortars showed compressive strength of 14.3 ± 0.5 MPa (0%/FT) and 13.3 ± 1.4 MPa (10%/FT), with no statistically significant difference. This study can contribute to the management of the disposal of these residues, reduction of cement and the reduction of the impact on the environment.

KEY-WORDS: Recycled glass. Babassu fiber. Mortar. Compressive strength. Sustainability.

INTRODUÇÃO

A disposição inadequada dos resíduos/rejeitos é um problema mundial. Segundo os dados da ABRELPE (Associação brasileira de Limpeza e Resíduos Especiais), entre 2016 a 2021, no Brasil, houve um gasto total de 1,85 bilhão de dólares na área da saúde devido a problemas causados pela destinação inadequada (lixões e aterros não controlados) de resíduos (ABRELPE). É, portanto, dentro dessa perspectiva que surge a importância de abordar e realizar estudos com foco na utilização racional dos resíduos.

Atualmente, é visto que a indústria da construção civil é um setor viável para absorção de resíduos na massa cimentícia, de modo que está inclusão ainda apresenta vantagens mecânicas (LOPES, 2017; ZANWAR e PATIL, 2020). Assim, duas materiais primas abundantes e viáveis é a fibra do coco babaçu e o pó de vidro, a qual se somam por exibirem vantagens diferentes no compósito cimentício, sendo uma de reforço e outra de substituição parcial ao cimento.

Logo, no que concerne o coco babaçu, esse caracteriza-se por ser da espécie *Orbignya phalerata* e ser constituído percentualmente de 11% de epicarpo (casca do fruto), 23% de mesocarpo, 59% de endocarpo e 7% pela amêndoa, o qual em seu todo pesa em média 200g (ARAÚJO, 2008). Com produção centralizada mais nos estados do Maranhão e Piauí (CONAB), um dos seus componentes, a fibra de epicarpo, pode se destacar como ganho positivo para pesquisas devido à abundância na região. Desse modo, é visto que quando utilizada na argamassa cimentícia apresenta perfil de ganho de propriedades mecânicas, a exemplo da resistência à compressão. Os trabalhos de Dourado (DOURADO, 2019) e Alves (ALVES, 2021) mostraram essa característica quando houve a utilização de fibras de epicarpo de coco babaçu curtas (≤ 50 mm de comprimento) com adição de até 1% na massa cimentícia. Assim, o objetivo da adição da fibra natural na argamassa cimentícia é gerar um reforço que venha minimizar a fratura frágil do material, sendo assim necessário a realização de um tratamento superficial na fibra para a remoção dos componentes amorfos e hidrofóbicos (hemicelulose e lignina) (REDDY et al., 2020; BENAIMECHE et al., 2018). A resultante deste tratamento químico impactará na interação fibra/matriz cimentícia apresentada no compósito.

Para o resíduo vítreo é visto sua viabilidade devido ao caráter pozolânico apresentado através da sílica não cristalina presente nesse material, a qual a possibilita ser utilizada como um Material Cimentício Suplementar (MCS). Este, por sua vez, possui características

cimentantes quando em pequenos fragmentos e em contato com a água (SANTOS, 2016). Portanto, como apresentado pela definição de MCS e conforme visto em trabalhos como de (MORAIS et al., 2022), tamanhos de partículas finas ($< 63 \mu\text{m}$) proporcionam a obtenção de propriedades físicas e mecânicas sem a manifestação deletéria da reação álcali sílica (RAS) (PATEL et al., 2019). Em substituição parcial do vidro moído ao cimento é visto que de 10 a 20% são os perfis que apresentam melhores porcentagens de substituição (Bentchikou et al., 2017; Šimonová et al., 2017). Assim, de modo geral, as propriedades manifestas nas argamassas com vidro moído em substituição ao cimento são da atividade pozolânica, que permite que o pó vítreo moído quando em contato com água, reaja com Ca(OH)_2 e apresente característica cimentante; efeito filer que induz uma maior compactação com as partículas pequenas (SANTOS, 2016); aumento da resistência mecânica e durabilidade da mistura cimentícia (LOPES, 2017).

Portanto, é possível observar que esses resíduos individualmente já exibem bons resultados quando adicionados a argamassa cimentícia. Entretanto, quando em conjunto, em levantamento científico realizado nos bancos de dados (*Scopus e Web of Science*) de artigos, em abril de 2023, foi observado a ausência desta temática.

Logo, o objetivo desse trabalho foi agregar ambas contribuições para a formulação de argamassas cimentícias, ou seja, desenvolver uma argamassa com co-presença dos resíduos de fibra coco babaçu + pó de vidro. Assim, visando-se contribuir de modo sustentável para um melhor descarte desses resíduos.

METODOLOGIA

- Materiais

Foram utilizadas fibras (epicarpo ou casca do fruto) de coco babaçu, cimento CP II-E 32 (marca Poty), enquanto como material cimentício suplementar usou-se o vidro, do tipo sodo/cálcico. Por fim, a areia natural vendida na região como “média mista” e água destilada, de modo que todos os materiais supracitados foram provenientes do município de Teresina/PI.

- Preparação e caracterização

Fibras de coco babaçu

Foram usadas fibras de coco babaçu retidas na peneira de malha # 16 (diâmetro de abertura igual a 1,19 mm), onde uma parte destas foram apenas lavadas consecutivas vezes com água corrente e depois secas em estufa a $60^\circ\text{C}/24\text{h}$, enquanto outras foram lavadas em água corrente e tratadas quimicamente com Hidróxido de Sódio (NaOH, P.A., Vetec). Para o tratamento superficial submergiu as fibras em solução de NaOH (5%, em

peso) durante 3h, com agitação manual de 30 em 30 minutos. Ao final desse tempo lavou-se repetidamente em água corrente até se obter um PH neutro, secas em estufa a 60°C/24h, e denominadas de fibra tratada (FT).

Pó de vidro

O vidro recebido possuía dimensões grandes e variadas, logo para remoção de sujeiras superficiais realizou-se uma limpeza em água corrente com sabão neutro, secagem ao ar livre. Para a redução granulométrica do material houve, inicialmente, uma diminuição manual no almofariz e pistilo, em seguida mecânica no moinho de bolas a 200 rpm, durante 8 horas contínuas. O pó obtido foi peneirado e reservou-se o passante na peneira nº 200 (74 µm).

Caracterização

As fibras de coco babaçu lavadas e tratadas foram caracterizadas pela microscopia eletrônica de varredura (MEV) onde se utilizou o equipamento do modelo FEG-250 com metalização a base de ouro. Enquanto para o pó de vidro realizou-se a caracterização química de Fluorescência de Raios-X (FRX, Epsilon 3XL da Panalytical).

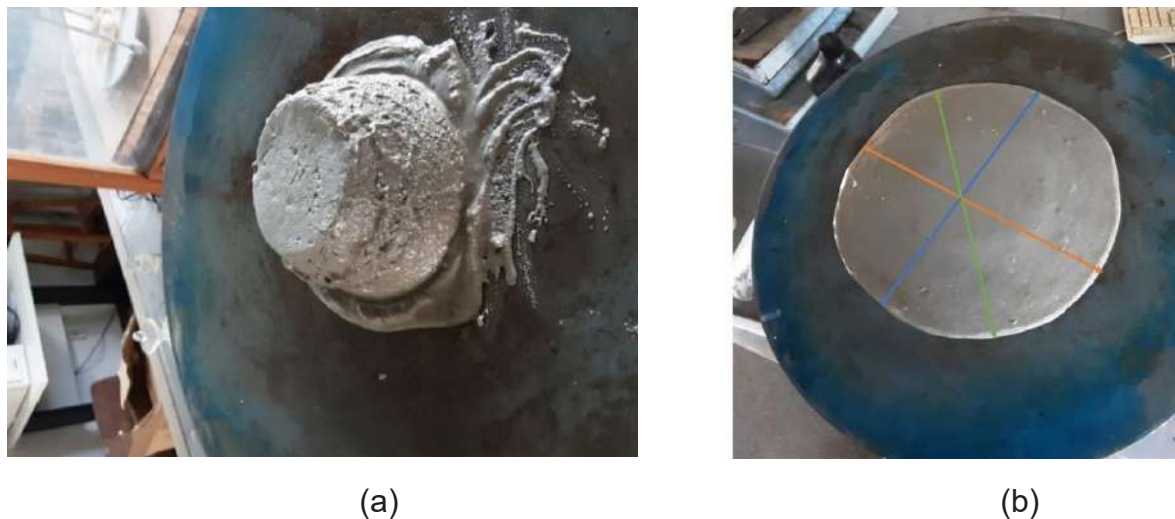
Argamassa cimentícia

Preparou-se duas formulações de argamassa, denominadas de 0%/FT (argamassa sem substituição de pó de vidro ao cimento e 0,5% de adição de fibra de coco babaçu tratada) e 10%/FT (argamassa com 10% de substituição de pó de vidro ao cimento e 0,5% de adição de fibra de coco babaçu tratada). Utilizou-se as relações de 1:3 de cimento/areia e 0,7 para água/cimento em todas as misturas, e areia previamente seca (100°C/24h). Foram confeccionados corpos de prova cúbicos (40x40x40 mm) para cada traço, conforme os padrões da ABNT NBR 16868-2 (Anexo A) de modo que só foram rompidos após os 28 dias.

Caracterização da argamassa cimentícia

Realizou-se o ensaio de consistência (Figura 1) conforme a NBR 7215, em que se mediu com uma régua as regiões de espalhamento da massa e tirou-se a média.

Figura 1. Argamassa 10%/FT a) Tronco de cone, b) Espalhamento da massa fresca na mesa de consistência.



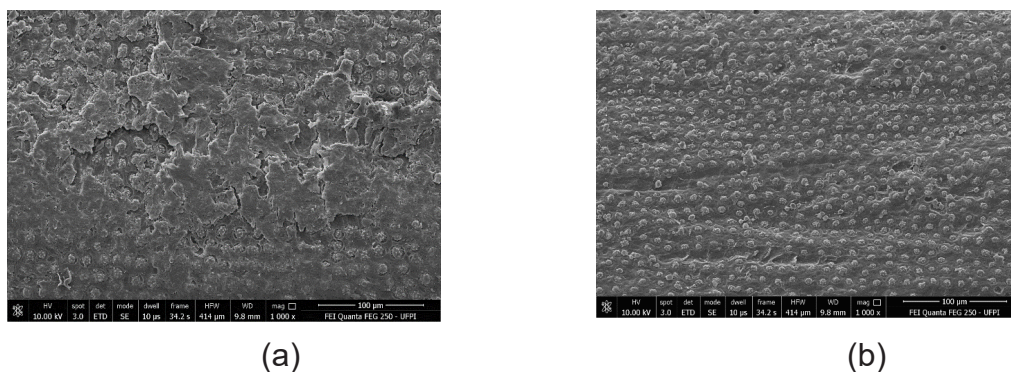
Executou-se o ensaio de compressão no equipamento EMIC/ PC200C, com carga de ruptura de 500 ± 50 N/s. Usou-se em média de 4 corpos de prova para cada formulação de argamassa.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Propriedades das fibras de coco babaçu e do pó de vidro

Na análise por MEV (Figura 2) é possível se observar que o tratamento superficial proporcionou uma região mais estratificada à fibra (Figura 2b), devido uma maior área superficial livre de impurezas e componentes não celulósicos (hemicelulose, lignina e ceras) (FONSECA et al., 2021), em comparação a fibra lavada (Figura 2a). Assim, confirma-se a eficiência e importância do tratamento com NaOH, o qual, além disso, também deixa a fibra mais rugosa e, no passo seguinte, influenciar em melhor aderência entre fibra e matriz cimentícia (ONUAGULUCHI e BANTHIA, 2016).

Figura 2. Microscopia da fibra de coco babaçu (a) lavada (b) tratada com NaOH.



Por fluorescência de Raios-X (FRX) é possível se destacar que devido o material vítreo utilizado no estudo se referir ao vidro comum (sodo-cálcico), observou-se a predominância não somente de SiO_2 , mas bem como dos componentes CaO e Na_2O . O somatório resultando destes 3 componentes foi de 97,1%, fator já esperado, haja em vista que usando também o vidro comum, (SANTOS et al., 2019) obteve 90% desses componentes.

Além disso, analisar a composição química do vidro é importante, pois através dessa consegue se verificar a viabilidade química do vidro como um material pozolânico. Assim, segundo a NBR 12653, para um material ser utilizado como material cimentício suplementar é necessário que este apresente o somatório de $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ igual ou superior a 50%. Logo, observa-se na Tabela 1 que embora não apresentado Fe_2O_3 na composição, a porcentagem (em massa) obtida para esse somatório (70,6%) foi superior a exigida. Portanto, o vidro em estudo, cumpre o requisito de ser pozolânico.

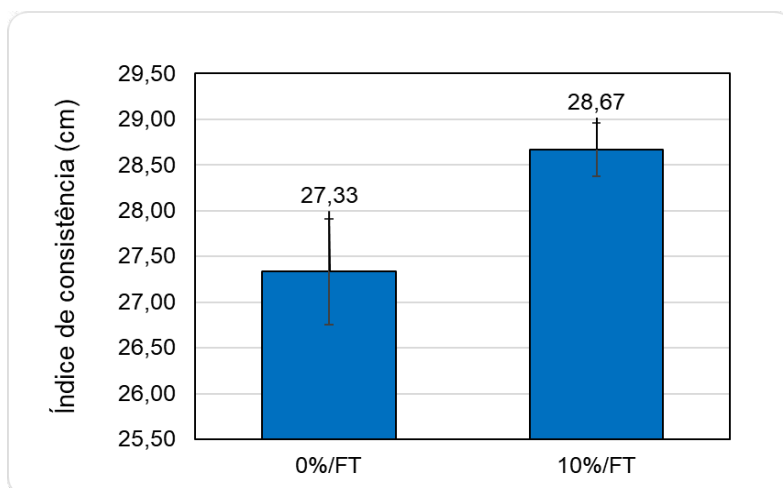
Tabela 1: Composição química do pó de vidro.

Composição química	SiO_2	CaO	Na_2O	Al_2O_3	MgO	K_2O	P_2O_5	TiO_2	SrO
Percentual (%)	69,3	14,8	13,0	1,20	0,8	0,4	0,2	0,1	0,1

Propriedades das argamassas cimentícias

A Figura 3 mostra os resultados da consistência da argamassa no estado fresco, sendo uma maior consistência para a argamassa de 10%/FT em comparação com a 0%/FT.

Figura 3. Consistência da argamassa cimentícia.

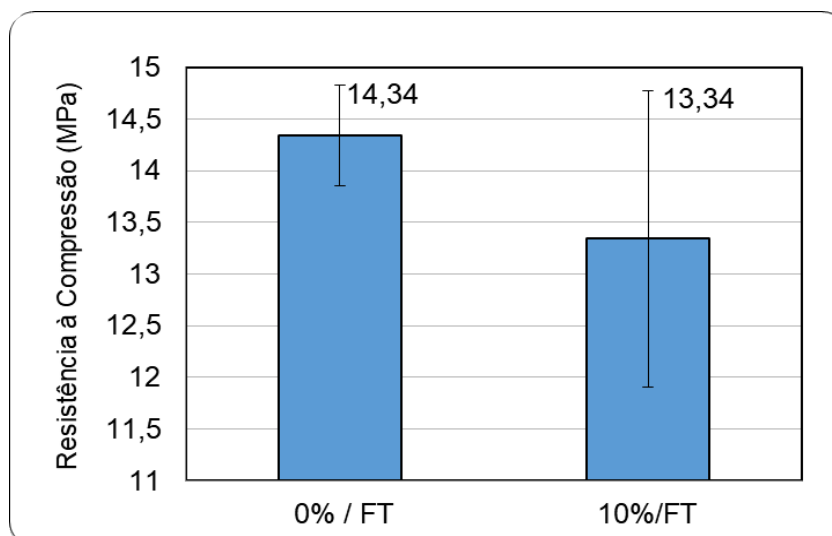


Esse resultado pode ser justificado pela ausência de absorção de água pelo vidro (SHOAEI et al., 2020) e pelas fibras tratadas, as quais devido o tratamento alcalino obteve a remoção dos componentes não celulósicos (hemicelulose e lignina), como visto na Figura 2. Logo, embora os dois resíduos acrescentem em maior aspecto de área superficial a ser molhada, não reterá para si a água e conservará a relação a/c (água e cimento) efetivamente presente na argamassa (DIAS et al., 2021).

Outro fator é o empacotamento da argamassa, a qual é melhor quando há o vidro na composição, haja em vista que ele possui o efeito fíler que causa lubrificação ao sistema (ANDRADE, 2019; CARASEK, 2006) também apresenta tal relação, na qual demonstra haver maior consistência para argamassas mais empacotadas (densas). Já na amostra 0%/FT, que não possui a lubrificação do sistema (proporcionado pela presença do vidro) houve uma redução da consistência, fator esse justificado pelo comportamento de maior estabilidade da matriz, onde as fibras estão submersas atuando como obstáculo na livre movimentação do sistema (ANDRADE, 2019).

Ademais, ao que concerne à pasta cimentícia no estado endurecido (Figura 4), se observou não haver uma diferença significativa entre a resistência a compressão, a qual foi de $14,34 \pm 0,50$ MPa para a amostra 0%/FT e $13,34 \pm 1,40$ MPa para 10%/FT. Assim, essa característica pode ser justificada pela presença de partículas finas do vidro, que proporcionou um bom empacotamento/compactação da argamassa, a qual consequentemente pode ter possibilitado uma boa interação entre a FT/cimento.

Figura 4. Resultado do ensaio de compressão.



CONCLUSÃO

O tratamento químico com 5% de NaOH foi eficiente já que estratificou a superfície da fibra, conseqüentemente proporcionando uma maior interação entre fibra/matriz. Já no que concerne o vidro, por FRX foi verificado sua viabilidade como um material cimentícia suplementar, haja em vista que atendeu ao requisito de pozolanicidade pré-definido pela NBR.

Em relação à consistência cimentícia observou-se que a nova mistura com co-rejeitos (10%/FT) não apresentou necessidade de um maior consumo de água, pois conservou a relação a/c (água e cimento) efetivamente presente na argamassa. Similarmente a resistência a compressão, que quando comparado entre as amostras 0%/FT ($14,3 \pm 0,5$ MPa) e 10%/FT ($13,3 \pm 1,4$ MPa) não apresentaram desvantagem na substituição, considerando que não houve uma diferença significativa. Análises iniciais se mostram benéficas para a sociedade/indústrias quanto à gestão do descarte destes resíduos, redução do cimento e da diminuição do impacto ao meio ambiente.

AGRADECIMENTOS

Ao PIBIC (Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica) da Universidade Federal do Piauí (UFPI). Ao Laboratório do Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais – IFPI. Aos laboratórios (Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados – LIMAV, Laboratório de Materiais de Construção – Dept de Engenharia Civil, Laboratório de Ensaio Mecânicos e Metalografia – Dept de Engenharia Mecânica) da UFPI. Ao Babcoall Inc. do Brasil LTDA associada à Incubadora de Agronegócios da Universidade Federal do Piauí (INEAGRO) e a empresa Fort Glass, respectivamente, pela doação das fibras de coco babaçu e o vidro.

DECLARAÇÃO DE INTERESSES

Os autores do artigo declaram que não possuem conflitos de interesses de ordem financeira, comercial, político, acadêmico e pessoal.

REFERÊNCIAS

ABRELPE - **Associação brasileira de empresas de limpeza pública e resíduos especiais**. Panorama 2022, 2022, p. 64.

ALVES, M. E. R. **Melhoria da eficiência física e mecânica em argamassas cimentícias com uso de epicarpo de coco babaçu**. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Piauí, Teresina, 2021.

ANDRADE, K. B. **Estudo dos efeitos da cinza da casca de arroz e das fibras de polipropileno em argamassas**. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia Civil), Centro Universitário de Brasília (UniCEUB), Brasília, 2019.

ARAÚJO, E. C. E. **Estado da arte e potencial do babaçu para a agroenergia**, Embrapa, 2008 p. 12.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16868-2:2020: Alvenaria estrutural – Parte 2: Execução e controle de obras. Rio de Janeiro, 2020, 23 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR-12653: Materiais Pozolânicos - Requisitos. Rio de Janeiro, 2014, 6 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR-7215: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2019, 12 p.

BENAIMECHE, O. et al. **The influence of date palm mesh fibre reinforcement on flexural and fracture behaviour of a cement-based mortar**. *Composites. Part B: Engineering*, v. 152, p. 292–299, 2018.

BENTCHIKOU, M. et al. **Comparative study of the properties of mortars with recycled glass aggregates incorporated by addition and substitution**. *Energy procedia*, v. 139, p. 499–504, 2017.

CONAB - Companhia Nacional de Abastecimento. *Boletim da Sociobiodiversidade*, Brasília, 2022, v. 6, pp. 1-36.

DIAS, L. DE S. et al. **Incorporação de resíduos da produção de fibras de sisal em argamassa: Efeitos nas propriedades físicas e mecânicas**. *Matéria (Rio de Janeiro)*, v. 26, n. 3, 2021.

DOURADO, J. B. DE O. L. **Desempenho de argamassas à base de cimento com reforço**

de fibra de coco babaçu. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais), Universidade Federal do Piauí, Teresina, 2019.

FONSECA, R. P. DA; ROCHA, J. C.; CHERIAF, M. **Influence of different types of treatments on amazonian vegetable fibers on the performance of mortars based on Portland cement, metakaolin and fly ash.** Materials research, v. 24, n. suppl 2, 2021.

LOPES, R. K. **Utilização de resíduo moído de vidro industrial na confecção de argamassa de cimento Portland em Porto Velho/RO.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Universidade Federal do Amazonas, 2017.

MORAIS, A. et al. **Argamassa cimentícia: Uso sustentável de pó fino de vidro reciclado como precursor parcial.** Cerâmica industrial, v. 27, n. 1, p. 1–11, 2022.

ONUAGULUCHI, O.; BANTHIA, N. **Plant-based natural fibre reinforced cement composites: A review.** Cement and Concrete Composites, v. 68, p. 96–108, 2016.

PATEL, D., TIWARI, R.P.; SHRIVASTANA, R.; YADAV, R.K. **Effective utilization of waste glass powder as the substitution of cement in making paste and mortar.** Construction and Building Materials, v. 199, 406-415, 2019.

REDDY, R. A.; YOGANANDAM, K.; MOHANAVEL, V. **Effect of chemical treatment on natural fiber for use in fiber reinforced composites – Review.** Materials Today: Proceedings, v. 33, n. Part 7, p. 2996–2999, 2020.

SANTOS, D. P. DOS. **Influência do resíduo de vidro nas propriedades de uma argamassa colante.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2016.

SANTOS, D. P. DOS. et al. **Influência do uso de resíduo de vidro nas propriedades de argamassas adesivas.** Anais do Congresso Anual da ABM. São Paulo: Editora Blucher, 2017

SHOAEI et al. **Glass powder as a partial precursor in Portland cement and alkali-activated slag mortar: A comprehensive comparative study.** Construction and Building Materials, v. 251, 118991, 2020.

ŠIMONOVÁ, H. et al. **Mechanical Fracture Parameters of Cement Based Mortars with Waste Glass Powder.** Procedia Engineering, v. 190, p. 86–91, 2017.

ZANWAR, A. B.; PATIL, Y. D. **Enhancement of sustainable mortar by using fine glass powder. Em: Lecture Notes in Civil Engineering.** Singapore: Springer Singapore, 2020. p. 65–72.

CAPÍTULO 4

ALFA FOSFATO TRICÁLCICO COMO BIOMATERIAL: UMA BREVE REVISÃO DAS PROPRIEDADES E APLICAÇÕES.

Victória Régia Alves Sales¹;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/4380086092580232>

José Rosa de Souza Farias²;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/9404467330103347>

Geysivana Késsya Garcia Carvalho³;

Christus Faculdade do Piauí (CHRISFAPI), Piripiri, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/0242153749540840>

Erica Ianne da Silva Sousa⁴;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/4888137102478661>

Gabriel Lima Bastos⁵;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<https://lattes.cnpq.br/2549357911573252>

Ycaro Breno Alves de Almeida⁶;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/4070307554924095>

Diógenes de Moura Júnior⁷;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/5791161214413731>

Veruska do Nascimento Simões⁸;

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Sumé, Paraíba

<http://lattes.cnpq.br/1149592827133122>

Pedro Afonso Amorim de Sousa⁹;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/0245791983108999>

Thaynã Leite de Alencar¹⁰;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí

<http://lattes.cnpq.br/3866453455128642>

Valdeci Bosco dos Santos¹¹;

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 Braga¹².

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, Paraíba

<http://lattes.cnpq.br/2429557575387821>

RESUMO: Os biomateriais são amplamente estudados para regeneração óssea e implantes. O α -TCP é destacado devido a suas propriedades, como solubilidade controlada e estabilidade térmica. No entanto, possui limitações na síntese de soluções aquosas. Estudos buscam melhorar suas propriedades e desempenho, com avanços promissores na integração entre implante e osso circundante. Estratégias de liberação controlada de fármacos que incorporam o α -TCP em cimentos também são exploradas, fornecendo perspectivas positivas para sua utilização em engenharia tecidual, ortopedia e odontologia.

PALAVRAS-CHAVE: Alfa fosfato tricálcio. Revisão Bibliográfica. Biocerâmicas. Fosfatos de cálcio. Aplicações Biomédicas.

ALFA TRICALCIUM PHOSPHATE AS A BIOMATERIAL: A BRIEF REVIEW OF PROPERTIES AND APPLICATIONS

ABSTRACT: Biomaterials are extensively studied for bone regeneration and implants. Alpha-TCP is highlighted due to its properties, such as controlled solubility and thermal stability. However, it has limitations in the synthesis of aqueous solutions. Studies aim to improve its properties and performance, with promising advances in the integration between the implant and the surrounding bone. Controlled drug release strategies incorporating alpha-TCP into cements are also being explored, providing positive prospects for its use in tissue engineering, orthopedics, and dentistry.

KEY-WORDS: Alpha tricalcium phosphate. Literature Review. Bioceramics. Calcium Phosphates. Biomedical Applications.

INTRODUÇÃO

Em decorrência do aumento da expectativa de vida do homem, bem como, o bem-estar e saúde em geral, verificou-se nas últimas décadas, um progressivo interesse da sociedade científica no desenvolvimento de novos materiais sintéticos no intuito de se aperfeiçoar e/ou solucionar questões relacionadas às recuperações estruturais ósseas, enxertos, implantes, cirurgias ortopédicas, plásticas, buço-maxilofaciais e odontológicas (Volkmer e Santos, 2007).

Os materiais utilizados para tal finalidade são denominados biomateriais e devem apresentar a interação de muitas e complexas propriedades físicas, químicas e biológicas compatíveis aos tecidos vivos hospedeiros (Tabata, 2009). Assim, um biomaterial pode ser definido como qualquer material, natural ou artificial, que compreende o todo ou uma parte de uma estrutura viva ou um dispositivo biomédico que executa, acrescenta ou substitui uma função natural (Chim e Gosain, 2009; Park e Lakes, 2007).

O critério para a escolha de um biomaterial para uma determinada aplicação pode ser feito de acordo com a similaridade química ou física que o material apresenta em comparação com o tecido a ser substituído (Williams, 1987). Para isso há a necessidade do entendimento e do domínio, não apenas da preparação do biomaterial, mas também das respostas celulares que ele origina. Logo, um biomaterial tem como função principal, por exemplo, não só o preenchimento de um espaço vazio originado pela perda do tecido, como também promover resposta celular local adequada. Ademais, para que seja um biomaterial adequado, não se deve causar danos locais ou sistêmicos (tóxicos, carcinogênicos ou radioativos) e deve ser biocompatível (Rogerio et al., 2003).

Dessa forma, dentre os diversos biomateriais existentes, as biocerâmicas de fosfato de cálcio merecem lugar de destaque na área médica devido a uma série de características, tais como: ausência de toxicidade local, ausência de respostas a corpo estranho ou inflamações e habilidade em se ligar ao tecido hospedeiro. Esses fatores têm como explicação a natureza química destes materiais, isso porque eles são formados basicamente por íons cálcio e fosfato, que participam ativamente do equilíbrio iônico entre o fluido biológico e a cerâmica (Ratner, 2004; Junfeng e Xun, 2014).

Dentre os fosfatos de cálcio, o α -fosfato tricálcico (α -TCP), com fórmula química $\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, vem sendo amplamente utilizado devido às suas propriedades notáveis. O α -TCP apresenta alta solubilidade em meios líquidos específicos, permitindo sua interação controlada com o ambiente circundante. Além disso, o α -TCP é caracterizado por sua estabilidade mesmo em altas temperaturas, tornando-o adequado para aplicações em ambientes com condições térmicas desafiadoras. Essas propriedades do α -TCP são essenciais no estudo e desenvolvimento de materiais biomédicos, bem como em aplicações relacionadas à regeneração óssea através de cimentos ósseos e e fixação de implantes ortopédicos, onde a estabilidade térmica e a solubilidade desempenham um papel fundamental (Tronco et al., 2022; Canul-Chuil et al., 2003; Burdyńska et al., 2013).

Diante do supramencionado, este trabalho tem por objetivo apresentar de forma clara e objetiva, uma breve revisão acerca do alfa fosfato tricálcio, evidenciando os principais conceitos, propriedades e as principais aplicações biomédicas.

REVISÃO DE LITERATURA

FOSFATOS DE CÁLCIO

Fosfatos de cálcio são compostos constituídos por três elementos químicos principais: cálcio, fósforo e oxigênio; e além destes o hidrogênio que também pode ser encontrado como constituinte do ânion. As diferenças nas proporções entre estes elementos e o fator de hidratação, provocam a existência de uma série de compostos, que podem ser classificados a partir do ânion fosfato presente como orto (PO_4^{3-}), meta (PO_3), piro ($\text{P}_2\text{O}_4^{4-}$) e poli $[(\text{PO})_n]$. Os ânions multivalentes são identificados pelo número de íons hidrogênio ligados como o mono- $[\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2]$, di- (CaHPO_4), tri- $[\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2]$ e tetra- ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$) fosfato de cálcio, onde os prefixos-monoll, - dil, -tril e -tretall indicam o número de íons hidrogênio que foram substituídos pelo íon cálcio (Araujo, 2016). Os fosfatos de cálcio naturais ou sintéticos abrangem uma ampla família de materiais cerâmicos, e se destacam entre os biomateriais e biocerâmicas, pois são altamente biocompatíveis e em contato com os tecidos vivos sofrem dissolução, disponibilizando íons cálcio (Ca^{2+}) e hidrogeno fosfato (HPO_4^{2-}) para o meio (Dorozhkin, 2011).

Atualmente, os fosfatos de cálcio apresentam-se como os principais compostos estudados e empregados como biomateriais para a reposição e regeneração do tecido ósseo, pois apresentam como principais características: semelhança com a fase mineral de ossos; dentes e tecidos calcificados. Além disso, apresentam excelentes vantagens como a biocompatibilidade; bioatividade; ausência de toxicidade local ou sistêmica; ausência de resposta a corpo estranho ou inflamações; aparente habilidade em se ligar ao tecido hospedeiro; taxas de degradação variáveis e osteocondutividade (Epple et al., 2010; Masseli, 2018; Samavedi et., 2013).

Dessa forma, durante décadas a hidroxiapatita foi a única biocerâmica do sistema dos fosfatos de cálcio empregada como biomaterial para a reposição e regeneração óssea. Entretanto, o reconhecimento de suas limitações para o uso clínico, devido a sua lenta biodegradação, levou ao interesse crescente para a aplicação de outros fosfatos de cálcio, como o fosfato de cálcio amorfo (ACP) e os fosfatos tricálcicos (TCP). Assim, além da Hap, os fosfatos tricálcicos têm sido utilizados para fins de aplicação como biomateriais (Pavinato, 2012).

Devido ao seu comportamento biodegradável, o TCP nas formas alotrópicas α e β tem se tornado objeto de interesse na área de biomateriais, sendo utilizado na ortopedia e odontologia como material de preenchimento de cavidades e defeitos ósseos e fixação

de tecidos moles (Gomes et al., 2012). Com fórmula química $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, os fosfatos tricálcio não são estáveis em solução aquosa ou em presença de umidade, o que leva um incremento das pesquisas sobre estes biomateriais, devido a facilidade de dissolução no meio biológico (Raymay e Zhang, 2004).

Segundo Bignon (2002) o TCP acima de 800°C apresenta-se sob três fases polimórficas: uma romboédrica estável até temperaturas próximas de 1125°C denominada de fase beta (β – TCP); uma fase monoclinica, estável na faixa de temperatura entre 1125 a 1430°C chamada de fase alfa (α – TCP) e uma fase de alta temperatura (acima de 1430°C) denominada de super alfa ou alfa' (super α – TCP ou α' –TCP).

Segundo Oliveira (2010), estas fases se decompõem conforme esquema representado na Figura 1 a seguir:

Figura 1. Esquema de decomposição dos fosfatos tricálcio (Oliveira, 2010).



Na formação do fosfato tricálcico a fase estável a baixa temperatura é o β -TCP, que a 1125°C se transforma em α -TCP. Esta última fase é estável até 1430°C , quando se transforma em α' -TCP estável até a temperatura de fusão. A transformação β -TCP em α -TCP é lenta e reversível, o que exige, para a obtenção do α -TCP de maior pureza, a utilização de tempos de patamar elevados a temperaturas superiores a 1200°C e resfriamento brusco asseguram a máxima conversão e preservação da fase α -TCP à temperatura ambiente (Alves, 2005).

FOSFATO TRICÁLCIO

Dentre os fosfatos de cálcio, o alfa fosfato tricálcio (α -TCP), com fórmula química $\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, apresenta uma estrutura cristalina relacionada à do mineral glaserita ($\text{K}_3\text{Na}(\text{SO}_4)_2$), conforme descrito por Dickens e Brown (1972). Essa estrutura foi posteriormente estudada em detalhes por Mathew et al. (1977) e mais recentemente por Yashima e Sakai (2003). O α -TCP cristaliza no sistema cristalino monoclinico e pertence ao grupo espacial $\text{P2}_1/\text{a}$.

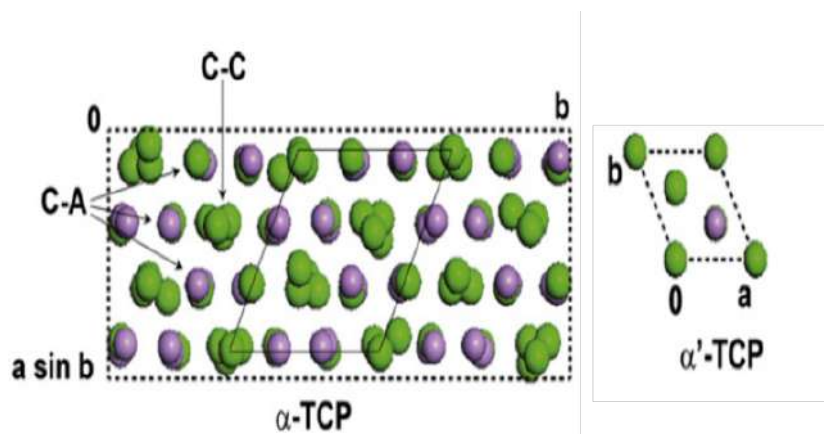
Os parâmetros da célula unitária (a , b , c , α , β e γ), o volume da célula (V), o número de unidades de fórmula por célula (Z), o volume por unidade de fórmula (V_0), a densidade teórica (D_{th}) e as projeções das células unitárias ao longo da direção $[0\ 0\ 1]$ são exibidos na tabela 1, respectivamente, para o α -TCP, assim como seu polimorfo α' -TCP (Mathew et al. 1977; Yashima e Sakai, 2003).

Tabela 1. Dados estruturais do α -TCP e seu polimorfo α' -TCP (Yashima e Sakai, 2003).

Propriedade	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ polimorfo	
	$\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	$\alpha'\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$
Simetria	Monoclínica	Hexagonal
Grupo de espaço	$P2_1/a$	$P6_3/mmc$
a (nm)	1,2859(2)	0,53507(8)
b (nm)	2,7354(2)	0,53507(8)
c (nm)	1,5222(3)	0,7684(1)
α (°)	90	90
β (°)	126.35(1)	90
γ (°)	90	120
Z	24	1
V (nm ⁻³)	4,31(6)	0,19052(8)
V ₀ (nm ⁻³)	0,180(6)	0,19052(8)
D _{th} (gcm ⁻³)	2,866	2,702

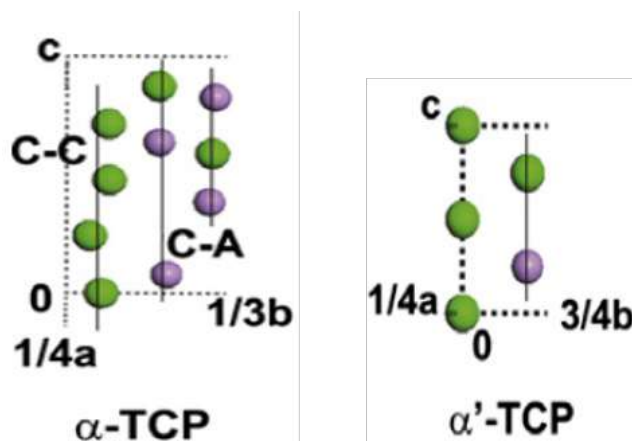
As células unitárias do α -TCP e seus polimorfos são compostas por colunas de íons Ca e PO_4 dispostas ao longo da direção [0 0 1]. No α -TCP, existem dois tipos de colunas: C-C e C-A. A coluna C-C, representada nas Figuras 2 e 3, contém apenas cátions de Ca, enquanto a coluna C-A contém tanto cátions de Ca quanto ânions de PO_4 . Cada coluna C-C é cercada por seis colunas C-A, e, por sua vez, cada coluna C-A é envolvida por seis colunas C-C e C-A alternadas. É importante ressaltar que as colunas C-C exibem uma distorção considerável em relação à linha reta, conforme mostrado na Figura 2 (Mathew et al. 1977).

Figura 2. Representação esquemática das projeções das células unitárias de α -TCP e α' -TCP ao longo da direção [0 0 1]. Átomos Ca^{2+} em verde e P^{5+} em roxo. Íons O^{2-} não foram representados para uma melhor clareza da estrutura. O losango de linha fina inscrito dentro da célula unitária de α -TCP destaca uma célula relacionada à hidroxiapatita (Yashima e Sakai, 2003).



A Figura 2 apresenta um rombo delimitado por uma linha sólida fina dentro da célula unitária do α -TCP, que se relaciona à célula da hidroxiapatita. Nessa estrutura, as colunas OH poderiam substituir as colunas C-C nos cantos da célula. Por analogia, as colunas Ca-PO_4 na hidroxiapatita podem ser consideradas como colunas C-A “muito distorcidas”, sendo que cada coluna é cercada por três colunas C-A, assim como ocorre no α -TCP, além de duas colunas C-C e uma coluna OH (Yashima e Sakai, 2003).

Figura 3. Projeções fracionárias das células unitárias de α -TCP e α' -TCP no plano bc, mostrando a disposição dos átomos constituintes em colunas orientadas ao longo da direção [0 0 1].



O α -fosfato tricálcico (α -TCP) apresenta propriedades notáveis, como seu alto grau de solubilidade em meios líquidos específicos. Essa característica permite que o α -TCP se dissolva e interaja com o ambiente circundante de forma controlada (Elliot, 1994). Além disso, o α -TCP apresenta uma favorável biodegradação, biocompatibilidade e osteocondutividade. A taxa de absorção desse material é mais elevada quando comparada com o β -TCP (Liu et al. 2015; Yamada et al. 2007).

Ademais, mesmo quando exposto a temperaturas elevadas, o α -TCP mantém sua estabilidade, tornando-o adequado para aplicações em ambientes com condições térmicas desafiadoras. É importante ressaltar que como o α -TCP é metaestável à temperatura ambiente, somente sendo estável entre 1115 e 1465°C (Safronova et al., 2011), não é possível realizar sua síntese por precipitação de soluções aquosas e, para sua obtenção, é necessária a realização de reações em estado sólido sob altas temperaturas a partir de precursores de cálcio e fósforo em relação Ca/P de aproximadamente 1,5 (Fathi et al., 2015).

Por consequência, este fosfato de cálcio pode ser obtido por reações em estado sólido em altas temperaturas a partir de composto(s) precursor(es) que contenham íons Ca^{2+} e $(\text{PO}_4)^{3-}$ e uma relação Ca/P aproximadamente igual a 1,5 (Safronova et al., 2011). Desse modo, as duas metodologias mais empregadas para a síntese de α -TCP são a transformação térmica da Hidroxiapatita deficiente em cálcio (CDHA, Ca/P \approx 1,5), fosfato de

cálcio amorfo (ACP), β -fosfato tricálcico (β -TCP) previamente obtidos (Kitamura et al. 2004; Camiré et al. 2005) ou a reação de estado sólido de compostos precursors sólidos em altas temperaturas (Camiré et al. 2005; Motisuke et al. 2009).

Logo, essas propriedades do α -TCP desempenham um papel essencial no estudo e desenvolvimento de materiais biomédicos, bem como em aplicações relacionadas à engenharia tecidual, onde a estabilidade térmica e solubilidade do α -TCP são fatores cruciais a serem considerados.

MATERIAIS E MÉTODOS

Tabela 2. Metodologia utilizada no artigo.

Base de dados	Science Direct
Condições das buscas	2023-2017
Artigos encontrados	110
Trabalhos elegíveis	64

Este estudo teve como objetivo realizar uma busca bibliográfica na base de dados Science Direct, no período de 2017 a 2023, a fim de identificar estudos relevantes sobre o alfa fosfato tricálcio (α -TCP) e suas aplicações biomédicas. A palavra-chave “alfa fosfato tricálcio” foi utilizada como critério de busca, e foram considerados apenas artigos científicos. Inicialmente, foram encontrados 110 artigos na busca. Em seguida, esses artigos foram avaliados com base em seu título, resumo e conteúdo completo, levando em consideração sua relevância para o tema proposto. Após essa análise, 64 artigos foram considerados elegíveis e selecionados para análise mais detalhada.

A partir dos artigos elegíveis, foram extraídas informações pertinentes sobre as vantagens, desvantagens, aplicações ao uso do α -TCP como material biomédico. Essas informações foram utilizadas para embasar a discussão presente neste artigo.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Inicialmente, o α -TCP foi amplamente utilizado como um material de enxerto ósseo devido às suas propriedades biocompatibilidade e capacidade de promover a regeneração óssea. Essa aplicação teve nas décadas de 1970 e 1980, com o uso do α -TCP como um substituto de enxerto para preencher defeitos ósseos (Mathew et al., 1977; Monma e Kanazawa, 1976; Nancollas, 1982).

Posteriormente, estudos foram conduzidos para explorar as propriedades bioativas do α -TCP, demonstrando sua capacidade de interação com os tecidos vivos e estimular a formação de osso novo. Tal descoberta abriu caminho para uma ampla gama de aplicações

na área de biomateriais (McAndrew et al., 1988).

Neste sentido, todos os estudos relatados indicaram claramente o potencial do α -TCP para ser utilizado em implantes dentários. O material mostrou-se adequado para preencher defeitos ósseos em procedimentos de implantes dentários, promovendo a integração do implante com o osso circundante (Higashi et al., 1998).

Nos últimos anos, foram diversas as aplicações de materiais que incorporam o α -TCP em cimentos. O α -TCP tem sido utilizado para a liberação controlada de fármacos desses cimentos (Schröter et al., 2020). Ele pode ser usado como uma matriz para incorporar substâncias ativas, permitindo sua liberação gradual no local de implantação. Isso é particularmente relevante em aplicações como tratamentos de regeneração óssea ou controle de infecções (Ginebra et al., 2006).

Existem várias maneiras de preparar o α -TCP, podendo ser obtido através de diferentes métodos, como a manufatura aditiva (impressão 3D). Uma das principais vantagens dessa abordagem é a completa cura do material antes de sua utilização, o que garante propriedades mais controladas e evita reações adversas (Ben-nissan, 2014).

Nesse sentido, Chinellato, et al. (2020) investigaram a aplicação da tecnologia de Manufatura Aditiva assistida por fluxo de gás para melhorar as propriedades mecânicas de amostras de biocerâmica feitas de fosfato α -tricálcio (α -TCP). Foram impressos tablets e scaffolds usando pós com diferentes tamanhos de partícula, incluindo partículas abaixo de 25 μm que não seriam adequadas para a impressão convencional de jato de ligante. O estudo concluiu que a estabilização do leito de pó por meio de um fluxo de gás é essencial para a impressão 3D de pós com tamanho inferior a 25 μm , permitindo uma deposição uniforme e resultando em uma densidade significativamente maior das peças impressas. Essa abordagem também melhorou a resolução alcançável e influenciou positivamente a microporosidade residual após a sinterização das peças. No entanto, observou-se no estudo que a maior densidade do material promoveu a formação de trincas nas amostras após a sinterização, o que pode afetar negativamente as propriedades mecânicas. Apesar disso, os scaffolds impressos com pó fino e a deposição de pó assistida por fluxo de gás apresentaram o melhor desempenho sob compressão, mesmo com a presença de trincas. Logo, o estudo concluiu que a utilização da tecnologia de Manufatura Aditiva assistida por fluxo de gás mostrou-se promissora para melhorar as propriedades mecânicas de estruturas de biocerâmica impressas, oferecendo densidade aprimorada, resolução aumentada e eliminação da necessidade de suportes adicionais. No entanto, são necessárias pesquisas adicionais para mitigar o problema das trincas e otimizar ainda mais as propriedades dos produtos finais.

Kolmas, et al. (2017) sintetizaram dois pós de fosfato alfa-tricálcio α -TCP (1) e α -TCP (2) usando rotas ligeiramente diferentes, com o objetivo de investigar a influência do método de preparação nas propriedades físico-químicas do α -TCP. Eles compararam esses pós sintetizados com um α -TCP comercialmente puro (α TCP-st) para análise estrutural. Para

realizar a caracterização, foram utilizadas técnicas como microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X em pó (PXRD). A estrutura química das amostras foi determinada por meio de métodos espectroscópicos, incluindo espectroscopia de infravermelho médio (FT-IR), espectroscopia Raman e ressonância magnética nuclear de estado sólido (ssNMR). A área de superfície específica dos pós sintetizados foi medida usando o método BET com adsorção de nitrogênio. Os estudos revelaram diferenças na morfologia das amostras. O α -TCP (1) apresentou pequenos grãos que formavam aglomerados com tamanho abaixo de 2 μm , enquanto o α -TCP (2) tinha uma tendência a formar aglomerados compactos com microporos abaixo de 5 μm . A área de superfície específica do α -TCP (1) foi cerca de 5 vezes maior do que a do α -TCP (2) e próxima à do material de referência. A análise de difração de raios X demonstrou que o α -TCP (1) era significativamente menos cristalino em comparação com o α -TCP (2), enquanto a cristalinidade do α -TCP (2) era comparável à da amostra padrão. Os experimentos de FT-IR e ssNMR indicaram que o α -TCP (1) não era homogêneo e continha, além de fosfato alfa-tricálcio, fosfato de cálcio amorfo (ACP). Os autores sugerem que o ACP pode ser encontrado no interior dos aglomerados e, portanto, não é convertido em uma forma altamente cristalina em temperaturas mais elevadas. Logo, o estudo demonstrou que diferentes formas de moagem e tratamento térmico influenciam fortemente as propriedades características do α -TCP obtido, incluindo sua cristalinidade, relação molar Ca/P, composição de fase e área superficial específica.

Vásquez et al. (2017) exploraram um novo método de formação de espuma manual para cimentos de fosfato de cálcio. O objetivo foi superar a falta de porosidade aberta intrínseca nesses cimentos, o que normalmente diminui a taxa de reabsorção e o crescimento ósseo quando implantados *In vivo*. Para isso, foram utilizadas misturas de cimento α -TCP com uma fase líquida espumosa contendo diferentes concentrações de hidrogenofosfato de sódio e um surfactante não iônico. A pasta de cimento foi preparada através da mistura manual em um sistema de duas seringas conectadas por um tubo. Duas proporções diferentes de líquido para pó (L/P) foram utilizadas para preparar a pasta de cimento. Os resultados mostraram que as amostras de cimento apresentaram macroporos abertos com diâmetros superiores a 100 μm . Além disso, foi observado que as amostras preparadas com menor relação L/P apresentaram menor porosidade, macroporosidade e distribuição de tamanho de poros. O estudo também avaliou a coesão da pasta de cimento em soluções líquidas, adicionando 2% em peso de alginato de sódio à fase líquida. Os resultados indicaram que a concentração do surfactante não afetou o grau de transformação do α -TCP em Hap (hidroxiapatita). Logo, o estudo concluiu que o método de formação de espuma manual permitiu a obtenção de amostras de cimento com macroporosidade aberta e tamanho médio dos poros superior a 150 μm . Além disso, o estudo sugeriu que a macroestrutura final dos cimentos espumados pode ser controlada variando as concentrações de fosfato e surfactante na fase líquida, bem como a relação L/P utilizada no processo.

Safranova, et al. (2020) realizaram um estudo *in vitro* para investigar a biocompatibilidade de uma cerâmica bifásica de fosfato α , β -tricálcio, obtida pelo recozimento de uma pré-

forma compacta à base de β -fosfato tricálcio em pó. Os resultados mostraram que, dentro de um período de 10 a 30 dias, a adesão das células-tronco da polpa dentária primária na superfície da cerâmica bifásica de fosfato α , β -tricálcio foi suprimida. Essa diminuição no número de células na superfície da cerâmica pode estar relacionada tanto ao nível de pH ácido resultante da hidrólise da fase mais solúvel do α -fosfato tricálcio quanto à mudança na natureza da superfície devido à formação e crescimento de cristais de hidroxiapatita. Os estudos *in vitro* de biocompatibilidade foram realizados com uma cerâmica bifásica de fosfato α , β -tricálcio que possuía um alto teor de α - $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (~65%). Essas cerâmicas apresentaram composição química semelhante ao componente inorgânico do tecido ósseo. No entanto, os resultados indicaram que, ao serem usadas *in vivo*, essas cerâmicas devem ser examinadas com cautela devido à supressão da atividade celular. Logo, foi concluído que entre as razões para a supressão da atividade celular durante o estudo de biocompatibilidade, destacam-se a acidificação no ambiente próximo à superfície das cerâmicas contendo α -tricálcio fosfato e uma mudança na morfologia da superfície causada pela formação de um cristal de placacamada com arestas vivas.

Ademais, Schiroky, et al (2021) avaliaram a influência do alfa-tricálcio fosfato (α -TCP) nas propriedades físico-químicas de uma resina adesiva experimental e investigou as propriedades imediatas e de longo prazo da dentina afetada por cárie (CAD) após a remoção seletiva e restauração com a resina adesiva contendo ou não o α -TCP. Foram formulados adesivos experimentais com e sem α -TCP e realizadas análises de amolecimento em solvente, cinética de polimerização e grau de conversão. Dentes humanos com cárie foram restaurados com os adesivos experimentais e submetidos a testes imediatos e de longo prazo, incluindo resistência de união à microtração, dureza da dentina e deposição mineral. Os resultados mostraram que a adição de α -TCP não afetou as propriedades dos adesivos dentais, como amolecimento em solvente e grau de conversão. A dureza inicial da dentina restaurada com a resina adesiva contendo α -TCP foi maior do que no grupo controle. Não houve diferenças significativas na resistência de união entre os grupos. Após três meses, a dureza da CAD aumentou na região próxima à interface adesiva em ambos os grupos, indicando maior deposição mineral. Logo, o estudo concluiu que a adição de α -TCP não afetou negativamente as propriedades dos adesivos dentais e não alterou a deposição mineral nem a resistência de união da dentina restaurada.

Nie, et al. (2023) realizaram a preparação de um filme de polidopamina (PDA) através da autopolimerização de dopamina em cimento de fosfato α -tricálcio (α -TCP). Em seguida, partículas de prata (Ag) foram imobilizadas *in situ* na superfície do PDA por meio de um método de imersão. A presença de PDA e Ag na composição do cimento de fosfato α -tricálcio (α -TCP) modificado foi confirmada por meio de análise XPS (Espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X). Os resultados obtidos demonstraram que, após a modificação do revestimento com PDA e partículas de Ag, houve um aumento na rugosidade e no ângulo de contato do cimento, passando de 36,4 nm para 120 nm e de 18,8° para 58,8°, respectivamente. Além disso, a capacidade de mineralização do cimento modificado

foi significativamente aprimorada, resultando na formação de uma camada densa de hidroxiapatita (Hap) com uma espessura de 3,04 μm . Adicionalmente, o cimento modificado apresentou uma taxa antibacteriana superior a 99%. Com base nesses resultados, o estudo concluiu que o método utilizado permitiu obter um cimento com boas propriedades bioativas e antimicrobianas. O revestimento simples e eficiente de polidopamina com partículas de prata imobilizadas in situ foi depositado com sucesso no cimento α -TCP, resultando em um cimento modificado com maior capacidade de mineralização, excelentes propriedades antimicrobianas e adequada biossegurança.

CONCLUSÃO

Deste modo, frente aos estudos na literatura envolvendo o α -TCP, pode-se afirmar que esse material possui uma ampla gama de aplicações potenciais. Suas vantagens incluem biocompatibilidade, biodegradabilidade, capacidade de promover a regeneração óssea e a versatilidade em diversas aplicações. Dessa maneira, o α -TCP tem sido explorado como uma matriz para a liberação controlada de fármacos, tanto na regeneração óssea quanto no controle de infecções. Um aspecto importante é o uso do α -TCP em cimentos ósseos, que desempenham um papel fundamental no preenchimento de defeitos ósseos, promoção da regeneração óssea e fixação de implantes ortopédicos, como a fixação de fraturas e reconstruções ósseas. No entanto, é importante ressaltar que o método de síntese do α -TCP apresenta algumas desvantagens, como a impossibilidade de sua síntese por precipitação de soluções aquosas. Para obtê-lo, são necessárias reações em estado sólido sob altas temperaturas, a partir de precursores de cálcio e fósforo. Apesar dessas limitações, diversos estudos estão em andamento com o objetivo de aprimorar o α -TCP, buscando superar essas dificuldades e melhorar suas propriedades e desempenho. Logo, os resultados dessas pesquisas têm sido promissores, demonstrando avanços significativos no desenvolvimento e aplicação do α -TCP como um material biomédico versátil e eficaz. Dessa forma, há perspectivas positivas para o futuro, com o aprimoramento contínuo e ampla utilização do α -TCP como biomaterial, reforçando seu papel essencial nas áreas de engenharia tecidual, ortopedia e odontologia

DECLARAÇÃO DE INTERESSES

Os autores do artigo declaram que não possuem conflitos de interesses de ordem financeira, comercial, política, acadêmica e pessoal.

REFERÊNCIAS

Araújo, R. C. **Hidroxiapatitas organofuncionalizadas como sistemas para biorremediação de corante aniônico**. 2016. 100f. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2016.

Alves, H. L. R. **Cimento de fosfato tricálcico: síntese e influência de aditivos na sua injetabilidade**. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, PPG - Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, 2005.

Bignon, L. **Optimization de la structure poreuse d'implants en phosphate de calcium pour application de comblement osseux et relargage in situ d'un principe actif**. Tese de doutorado. Institut National de Sciences Appliquées de Lyon, 2002.

Burdyńska, S. M.; Mróz, W.; Czechowska, J.; Siek, D.; Zima, A. A.; Ślósarczyk, A.; Załączny, R. **Bioactivity of cement type bone substitutes**. Bulletin of the Polish Academy of Sciences, Technical Sciences, v. 61, n. 2, 2013.

Camiré, C. L.; Saint-Jean, S. J.; Hansen, S.; McCarthy, I.; Lidgren, L. **Hydration characteristics of α -tricalcium phosphates: Comparison of preparation routes**. Journal of Applied Biomaterials and Biomechanics, v. 3, n. 2, p. 106-111, 2005.

Canul-Chuil, A. ; Vargas-Coronado, R. ; Cauich-Rodríguez, J. V. ; Martínez-Richa, A. ; Fernandez, E. ; Nazhat, S. N. **Comparative study of bone cements prepared with either HA or α -TCP and functionalized methacrylates**. Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials, v. 64, n. 1, p. 27-37, 2003.

Chim, H.; Gosain, A. K. **Biomaterials in craniofacial surgery: experimental studies and clinical application**. Journal of Craniofacial Surgery, vol. 20, p. 29-33, 2009.

Chinellato, F.; Wilbig, J.; Al-Sabbagh, D.; Colombo, P.; Günster, J. **Gas flow assisted powder deposition for enhanced flowability of fine powders: 3D printing of α -tricalcium phosphate**. Open Ceramics, v. 1, p. 100003, 2020.

Dorozhkin, S. V. **Calcium orthophosphates - Occurrence, properties, biomineralization, pathological calcification and biomimetic applications**. Biomater. Vol.1. p. 121-164, 2011.

Epple, M.; Ganesan, K.; Heumann, R.; Klesing, J.; Kovtun, A.; Neumann, S. **Application of calcium phosphate nanoparticles in biomedicine**. Journal of Materials Chemistry. Vol. 20, pp 18-23, 2010.

Fathi, M. ; El Yacoubi, A. ; Massit, A. ; Idrissi, B. C. E. **Wet chemical method for preparing high purity β and α -tricalcium phosphate crystalline powders**. Int J Sci Eng Res, v. 6, n. 6, p. 139-42, 2015.

Ginebra, M. P.; Traykova, T.; Planell, J. A. **Calcium phosphate cements as bone drug delivery systems: a review**. Journal of controlled release, v. 113, n. 2, p. 102-110, 2006.

Gomes, L. C.; Di Lello, B. C.; Campos, J. B.; Sampaio, M. **Síntese e caracterização de**

fosfatos de cálcio a partir da casca de ovo de galinha. Cerâmica, v. 58, n. 348, p. 448-452, 2012.

Higashi, S. ; Ohsumi, T. ; Ozumi, K. ; Kuroki, K. ; Inokuchi, Y. ; e Terashita, M. **Evaluation of cytotoxicity of calcium phosphate cement consisting of α -tricalcium phosphate and dicalcium phosphate dihydrate.** Dental materials journal, v. 17, n. 3, p. 186-194, 1998.

Higashi, S. ; Nagaya, T. ; Nagata, M. ; Shigemitsu, T. ; Nakamura, N. ; Ohtsuki, C. **Crystal structure and stability of α -tricalcium phosphate.** Journal of Solid State Chemistry, v. 179, n. 10, p. 3143-3150, 2006.

Hosokawa, R. ; Miyamoto, Y. ; Fujita, H. ; Noishiki, Y. ; Nakamura, T. ; Yamamoto, M. **α -tricalcium phosphate cements modified by magnesium.** Biomaterials, v. 22, n. 19, p. 2633-2637, 2001.

Junfeng, H.; Xun, W. **Hydroxyapatite nanocrystals: colloidal chemistry, assembly and their biological applications.** Inorganic Chemistry Frontiers, vol. 1, p. 215-225, 2014.

Kikuta, K. ; Tsuchiya, A. ; Anada, T. ; Yoshikawa, H. ; Suzuki, O. **β -tricalcium phosphate controls the release of calcium ion and stimulates the proliferation and differentiation of osteoblastic MC3T3-E1 cells.** Journal of Biomedical Materials Research Part A, v. 89, n. 4, p. 864-872, 2009.

Kitamura, M. ; Ohtsuki, C. ; Iwasaki, H. ; Ogata, S. I. ; Tanihara, M. ; Miyazaki, T. **The controlled resorption of porous α -tricalcium phosphate using a hydroxypropylcellulose coating.** Journal of Materials Science: Materials in Medicine, v. 15, p. 1153-1158, 2004.

Kolmas, J. ; Kaflak, A. ; Zima, A. ; Ślósarczyk, A. **Alpha-tricalcium phosphate synthesized by two different routes: Structural and spectroscopic characterization.** Ceramics international, v. 41, n. 4, p. 5727-5733, 2015.

Knowles, J. C.; Gibson, I. R.; Abrahams, I. **High temperature phase transitions in $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ measured by neutron diffraction.** In: Bioceramics: Volume 12. p. 341-344. 1999.

Liu, J. ; Zhao, L.; Ni, L. ; Qiao, C. ; Li, D. ; Sun, H.; Zhang, Z. **The effect of synthetic α -tricalcium phosphate on osteogenic differentiation of rat bone mesenchymal stem cells.** American journal of translational research, v. 7, n. 9, p. 1588, 2015.

Masseli, M. R. **Produção do biocompósito cerâmica hidroxiapatita/alumina para aplicação biomédica.** 2018. 87f. (Dissertação) - Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2018.

Mathew, M.; Schroeder, L. W.; Dickens, B.; Brown W. E. **The crystal structure of $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.** Acta Crystallographica Section B: Structural Crystallography and Crystal Chemistry, v. 33, n. 5, p. 1325-1333, 1977.

- McAndrew, M. P. ; Gorman, P. W. ; Lange, T. A. **Tricalcium phosphate as a bone graft substitute in trauma: preliminary report.** Journal of orthopaedic trauma, v. 2, n. 4, p. 333-339, 1988.
- Monma, H.; Kanazawa, T. **The hydration of α -tricalcium phosphate.** Yogyo- Kyokai-Shi, v.84, p. 209-213, 1976.
- Motisuke, M. ; García Carrodegua, R. ; Zavaglia, C. A. **A comparative study between α -TCP and Si- α -TCP calcium phosphate cement.** In: **Key Engineering Materials.** Trans Tech Publications Ltd. p. 201-204. 2009.
- Nancollas, G. H. **Biological mineralization and demineralization: report of the Dahlem Workshop on Biological Mineralization and Demineralization,** Berlin 1981. October 18, v. 23, p. 38, 1982.
- Oliveira, D. M. P. **Síntese e caracterização de pós de fosfato tricálcio- β e de hidroxiapatita: elaboração de bifásicos HA/TCP- β para aplicações como substituto ósseo.** Dissertação de mestrado. UDESC, PPG-CEM, 2010.
- Park, J.; Lakes, R. S. **Biomaterials – Na Introduction.** Springer, 3ª edição, p. 2, 2007.
- Pavinato, V. P. **Estudo da solubilidade de apatitas em meio de interesse biológico.** Dissertação (Mestrado) – Curso de Química, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2012.
- Ratner, B. D.; Hoffman A. S.; Schoen F. J.; Lemons J. E. **Biomaterials science: a multidisciplinary endeavor.** Biomaterials science: an introduction to materials in medicine, Londres: Elsevier Academic Press, p. 1-9. 2004.
- Raymay, H. R. R.; Zhang, M. **Biphasic calcium phosphate nanocomposite porous scaffolds for load-bearing bone tissue engineering.** Biomaterials, v. 25, n. 21, p. 5171-5180, 2004.
- Rogero, S. O.; Malmong, E. S. M.; Lugão, A. B.; Ikeda, T. I.; Miyamaru, L.; Cruz, A. S. **Biocompatibility study of polymeric biomaterials,** Artificial Organs, 27, 5,424-427 (2003).
- Safronova, T. V.; Selezneva, I. I.; Tikhonova, S. A. ; Kiselev, A. S. ; Davydova, G. A. ; Shatalova, T. B. ; Rau, J. V. **Biocompatibility of biphasic α , β -tricalcium phosphate ceramics in vitro.** Bioactive materials, v. 5, n. 2, p. 423-427, 2020.
- Samavedi, S.; Whittington, A. R.; Goldstein, A. S. **Calcium phosphate ceramics in bone tissue engineering: A review of properties and their influence on behavior.** Acta Biomaterialia, v. 9, p. 8037– 8045, 2013.
- Shimizu, Y.; Tanihara, M.; Nakamura, T.; et al. **Development of a novel three-dimensional culture system for osteogenic cells: application to osteogenic differentiation and transplantation.** Journal of biomedical materials research, v. 44, n. 4, p. 406-417, 1999.

Silva, A. M.; Silva, G. A. **Fabricação de andamios poliméricos para engenharia de tecidos**. Química nova, v. 29, n. 1, p. 99-107, 2006.

Simon, J. H. B.; Farmer, J. B.; Pilcher, L. S. **The biocompatibility of porous alumina ceramics**. Journal of Biomedical Materials Research, v. 20, n. 3, p. 389-400, 1986.

Singh, R.; Singh, D. **Fabrication of three-dimensional biocompatible scaffold with improved cell-materials interactions for tissue engineering applications**. Journal of biomaterials applications, v. 29, n. 3, p. 425-435, 2014.

Stanford, C. M.; Keller, J. C.; Solursh, M. **Bone cell expression on titanium surfaces is altered by sterilization treatments**. Journal of biomedical materials research, v. 29, n. 8, p. 963-973, 1995.

Tampieri, A.; Celotti, G.; Landi, E.; et al. **Biologically inspired synthesis of bone-like composite: self-assembled collagen fibers/hydroxyapatite nanocrystals**. Journal of biomedical materials research, v. 61, n. 3, p. 408-412, 2002.

Tirino, P.; Aguirre, A.; Müller, F. A.; et al. **The effect of topographical surface features of TiO₂ blasted titanium implants on MG63 osteoblast-like cell adhesion**. Journal of biomedical materials research, v. 61, n. 2, p. 212-219, 2002.

Webster, T. J.; Ergun, C.; Doremus, R. H.; et al. **Enhanced functions of osteoblasts on nanophase ceramics**. Biomaterials, v. 21, n. 17, p. 1803-1810, 2000.

Xue, W.; Bandyopadhyay, A.; Bose, S. **Polycaprolactone coated porous tricalcium phosphate scaffolds for controlled release of protein for tissue engineering**. Journal of materials science: materials in medicine, v. 20, n. 10, p. 2009-2015, 2009.

Yamada, M.; Shiota, M.; Yamashita, Y.; Ka-sugai, S. **Histological and histomorphometrical comparative study of the degradation and osteoconductive characteristics of alpha- and beta-tricalcium phosphate in block grafts**. Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials; v. 82, p. 139-48, 2007.

Yang, W.; Yang, F.; Wang, Y.; et al. **Tricalcium phosphate-hyaluronic acid hybrid hydrogel for bone regeneration**. Journal of biomaterials science. Polymer edition, v. 22, n. 4-6, p. 469-482, 2011.

Yashima, M.; Sakai, A. **High-temperature neutron powder diffraction study of the structural phase transition between α and α' phases in tricalcium phosphate Ca₃(PO₄)₂**. Chemical Physics Letters, v. 372, n. 5-6, p. 779-783, 2003.

Índice Remissivo

A

Alfa fosfato tricálcio 49
análise térmica (TG e ATD) 29
Aplicações Biomédicas 49
Argamassa 38, 41, 42, 47
argamassa cimentícia 38, 39, 40, 41, 44

B

beta fosfato tricálcico (β -TCP) 12, 13, 19, 21
bioatividade 12, 13, 14, 51
Biocerâmicas 12, 49
biocompatibilidade 12, 13, 51, 54, 55, 57, 59
biomaterial cerâmico 12

C

calcinação 20, 29, 31, 32, 33
Compressão 38
concentração da solução 29, 33, 35

D

difração de raios X (DRX) 29

E

engenharia tecidual 22, 49, 55, 59
estabilidade térmica 18, 30, 49, 50, 55
estrôncio 12, 13, 14, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23

F

fármacos 49, 56, 59
Fibra de babaçu 38
Fosfatos de cálcio 49, 51
FT-fibra 38

H

homogeneidade 16, 29, 30, 32

I

implantes 49, 50, 56, 59

M

método de síntese 23, 29, 59
método sol-gel 29, 30, 35
métodos químicos de síntese 29

Microscopia eletrônica de varredura 38

Mulita 29, 30

Mulita sintética 29

O

odontologia 22, 49, 51, 59

ortopedia 22, 49, 51, 59

P

pureza 7, 29, 30, 52

R

regeneração óssea 13, 18, 19, 20, 22, 23, 26, 49, 50, 51, 55, 56, 59

resíduos 38, 39, 40, 44, 45, 46

Resistência 38

Revisão 12, 49

rota sol-gel 29

S

Síntese 29, 60, 62

Sol-Gel 25, 29, 30, 36

solubilidade 16, 19, 49, 50, 54, 55, 62

solução 17, 21, 29, 30, 31, 33, 35, 40, 52

solvente 16, 29, 30, 31, 32, 33, 35, 58

sustentabilidade 38

T

temperatura 16, 20, 29, 30, 31, 33, 35, 52, 54

temperaturas de processamento 29

V

vidro 18, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 47

Vidro reciclado 38



editoraomnisscientia@gmail.com 

<https://editoraomnisscientia.com.br/> 

@editora_omnis_scientia 

<https://www.facebook.com/omnis.scientia.9> 

+55 (87) 9656-3565 



editoraomnisscientia@gmail.com 

<https://editoraomnisscientia.com.br/> 

@editora_omnis_scientia 

<https://www.facebook.com/omnis.scientia.9> 

+55 (87) 9656-3565 