

# CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE BIOCIMENTOS DE FOSFATO DE CÁLCIO ADICIONADOS COM SULFATO DE CÁLCIO DIHIDRATADO

J. S. V. Albuquerque<sup>(1)</sup>, E. R. Alves<sup>(1)</sup>, J. D. F. Lima<sup>(1)</sup>, R. E. F. Q. Nogueira<sup>(1)</sup>  
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Campus do Pici, Bloco  
720, CEP 60455-760, Fortaleza (CE), Brasil.  
E-mail: [svalbuquerque@yahoo.com.br](mailto:svalbuquerque@yahoo.com.br)  
Universidade Federal do Ceará, Laboratório de Biomateriais<sup>(1)</sup>

## RESUMO

*Os biocimentos de fosfato de cálcio são considerados frágeis e com baixas propriedades mecânicas, que no melhor dos casos consegue igualar-se à do osso trabecular. O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência à compressão diametral e a porosidade do biocimento combinado com sulfato de cálcio dihidratado. O comportamento mecânico e a porosidade dos biocimentos foram avaliados utilizando amostras em formato de cilindros com 6 mm de altura e 12 mm de diâmetro. Os dados obtidos foram sujeitos a tratamento estatístico, utilizando o teste ANOVA para comparar se as médias aritméticas entre os níveis de aditivos são estatisticamente significantes. Foi observado que a porosidade diminui com o aumento da concentração de sulfato de cálcio di-hidratado. Através de teste de compressão diametral verificou-se que a aditivação do biocimento produz um aumento significativo na resistência mecânica.*

Palavras-chave: Biomateriais, biocimento, sulfato de cálcio.

## INTRODUÇÃO

A pesquisa e o desenvolvimento em biomateriais auxiliam em uma melhor qualidade de vida de pessoas com traumas físicos, dependendo da aplicação podem recuperar ou melhorar funções debilitadas. O imenso campo de aplicação destes materiais nas áreas médicas e odontológicas tem conduzido a inúmeras inovações tecnológicas e mantido uma crescente necessidade de desenvolvimento de novos biomateriais.

Notavelmente, as cerâmicas avançadas, principalmente a base de fosfatos de cálcio, têm sido utilizadas para preenchimento ósseo na indústria biomédica mundial<sup>(1)</sup>. Entretanto, a seleção de um material não pode ser feita independentemente da seleção do processo de fabricação, formato da peça e custo agregado. Porém, a determinação de uma metodologia que avalie as propriedades finais de uma cerâmica é tão importante quanto sua própria seleção e processamento<sup>(2)</sup>.

Os materiais cerâmicos são geralmente pouco resistentes em condições de tração direta. Quando submetidos a este tipo de esforço, as trincas microscópicas existentes nos materiais tendem a se propagar e se orientar perpendicularmente ao eixo de tração<sup>(3)</sup>. Por outro lado, a maioria das cerâmicas é muito resistente à compressão, uma vez que não rompe por deslizamento e, portanto, apresenta comportamento relacionado às suas forças interatômicas<sup>(4)</sup>.

O ensaio de resistência à tração indireta por compressão diametral, conhecido como “Ensaio Brasileiro”<sup>(5)</sup>, tem sido usado por diversos autores na caracterização da resistência mecânica dos cimentos de fosfatos de cálcio com o objetivo de avaliar a tensão de tração máxima suportada por uma amostra, antes da ruptura<sup>(6)</sup>. Este método consiste em comprimir o material até este se romper, porém a carga é aplicada em sentido radial. A principal dificuldade para realiza-lo é assegurar a perfeita distribuição da carga em toda a linha de aplicação, ou seja, o corpo de prova deve ter uma perfeita geometria cilíndrica e ser isento de qualquer rugosidade superficial<sup>(7)</sup>.

A compressão de um cilindro entre duas placas planas gera as tensões trativas e compressivas, dependendo da posição e direção de observação na amostra. O trincamento ocorrerá na tensão trativa máxima, ao longo do diâmetro carregado.

A tensão de tração no plano de carregamento é obtida a partir da seguinte expressão<sup>(8)</sup>.

$$\sigma_T = \frac{2P}{\pi DL} \quad \text{eq. (A)}$$

onde,  $\sigma_T$  (Pa) é a tensão trativa,  $P$  (N) é a carga aplicada,  $D$  (m) é o diâmetro do cilindro,  $L$  (m) é a comprimento do cilindro.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência à compressão diametral e a porosidade do biocimento combinado com sulfato de cálcio di-hidratado em função das propriedades químicas e mecânicas dos biocimentos.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Os biocimentos foram obtidos adicionando à fração de aditivo correspondente a formulação a ser ensaiada (0%, 10%, 30% e 50% de sulfato de cálcio - CSD) em um almofariz de ágata contendo pó ( $\beta$ -fosfato tricálcio,  $\beta$ -TCP, sintetizado em laboratório). Logo após, realizou-se a homogeneização manual da mistura, com auxílio de uma espátula, para se obter a melhor dispersão e distribuição de CSD no  $\beta$ -TCP, por um período de tempo de 30 segundos. Em seguida, a mistura foi transferida para um becker onde foi adicionado o líquido (solução de ácido fosfórico) com concentração 2,0 M.

As medidas de porosidade aparente dos biocimentos foram obtidas por meio do método de Arquimedes. Para os cálculos de porosidade aparente ( $PA$ ) foi utilizada a seguinte equação:

$$PA(\%) = \frac{M_u - M_s}{M_u - M_i} \times 100 \quad eq. (B)$$

Onde  $M_s$  é a massa seca da amostra (g),  $M_u$  é a massa da amostra úmida,  $M_i$  é a massa da amostra imersa em água e  $\rho$  é a densidade da água na temperatura em que foi realizada a medida.

Os testes de resistência à compressão diametral foram realizado em um equipamento universal, marca Instron, modelo 4443, com velocidade de 1 mm/min, utilizando cilindros de 6 mm de diâmetro e 12 mm de altura.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 apresenta as formulações dos biocimentos estudados.

**Tabela 1.** Formulações de biocimentos de fosfato de cálcio modificados.

Biocimento	L/P(ml/g)	$\beta$ -TCP(%)	CSD (%)	Líquido
BC- 00	0,8	100	-	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> - 2M
BC- 10	0,8	90,91	9,09	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> - 2M
BC- 30	0,8	76,92	23,08	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> - 2M
BC- 50	0,8	66,67	33,33	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> - 2M

## Resistência à Compressão Diametral

As principais medidas dos ensaios mecânicos estão relacionadas na Tabela 02.

**Tabela 02.** Médias e desvio padrão dos resultados de resistência à compressão diametral dos quatro tratamentos.

Tratamentos (%)	Resistência Média	Desvio Padrão
0	0,59333	0,05033
10	1,08333	0,03512
30	1,50667	0,06506
50	1,43	0,09165

## Teste de ANOVA

Os resultados referentes aos testes de tração diametral descrito na tabela 02 foram submetidos a análise de variância (ANOVA de fator único) com nível de significância ( $\alpha$ ) de 5%, com o propósito de averiguar estatisticamente se a variação dos resultados é suficientemente diferente para que se conclua que as médias aritméticas das resistências não são todas iguais, como mostra a tabela 03. Para esta análise foi utilizado o programa Origin<sup>®</sup> 8. Os testes foram realizados com estatística F.

**Tabela 03.** Análise de variância da resistência à tração por compressão diametral dos quatro níveis.

Fonte de Variação	SQ	GL	MQ	F	p-valor
Aditivo	1,55967	3	0,51989	126,80217	4,39244E-7
Resíduo	0,0328	8	0,0041		
Total	1,59247	11			

Ao realizar a ANOVA foi observado que o aditivo empregado influencia de maneira significativa as propriedades mecânicas dos biocimentos para um nível de confiança de 0,05. Neste caso, como o p-valor é menor do que o  $\alpha$  especificado de 0,05 rejeitamos a hipótese nula de igualdade das médias, ou seja, podemos dizer que existe diferença estatisticamente significativa na média aritmética das resistências à compressão diametral dos biocimentos no que concerne às quatro formulações.

### Teste de Tukey-Kramer

Como o teste ANOVA demonstrou haver diferenças entre os níveis, o método de comparações múltiplas de Tukey foi empregado para determinar quais níveis apresentam diferenças estatisticamente significativas.

**Tabela 04.** Teste de Tukey-Kramer correspondente a resistência à compressão diametral dos biocimentos (DCPD/ $\beta$ -TCP).

Comparação Níveis	Diferença Absoluta	Erro-Padrão da Diferença	Intervalo Crítico
0 - 10	0,49	0,05228	0,16742
0 - 30	0,91333	0,05228	0,16742
0 - 50	0,83667	0,05228	0,16742
10 - 30	0,42333	0,05228	0,16742
10 - 50	0,34667	0,05228	0,16742
30 - 50	0,07667	0,05228	0,16742

Desta análise, vemos que existem diferenças significativas entre todos os pares de média, exceto entre 30 – 50. Isso implica que 30 e 50 % de concentração de sulfato de cálcio produzem aproximadamente, a mesma resistência á compressão diametral e que todos os outros níveis testados de concentração produzem resistências diferentes, ou seja, é possível concluir, com 95% de confiança, que a formulação BC-00 apresenta menor resistência á compressão diametral do que as formulações BC-10, BC-30 e BC-50 e a formulação BC-10 apresenta menor resistência do que as formulações BC-30 e BC-50.

A redução da resistência à compressão da formulação com 50% de sulfato de cálcio pode ser explicada devido ao aumento de porosidade, associada à maior quantidade de líquido na preparação.

### Porosidade

A Tabela 05 apresenta a planilha de dados para a porosidade de quatro tratamentos de aditivos, juntamente com a média aritmética e o desvio padrão.

**Tabela 05.** Planilha de dados da porosidade aparente dos biocimentos (DCPD/ $\beta$ -TCP).

Aditivo (%)	Porosidade Aparente Média	Desvio Padrão
0	52,22667	2,87836
10	52,12	5,51293
30	49,74667	1,74386
50	51,25667	1,05548

### Teste de ANOVA

A análise de variância (ANOVA de fator único) com nível de significância ( $\alpha$ ) de 5% foi utilizada com objetivo de conferir estatisticamente se a variação dos resultados é suficientemente diferente para que se conclua que as médias aritméticas das porosidades aparentes não são todas iguais. Para esta análise foi utilizado o programa Origin® 8. Os testes foram realizados com estatística F.

A Tabela 06 apresenta o resultado da análise estatística da porosidade aparente dos biocimentos.

**Tabela 06.** Análise de variância da porosidade aparente dos biocimentos (DCPD/ $\beta$ -TCP).

Fonte de Variação	SQ	GL	MQ	F	p-valor
Aditivo	13,62363	3	4,54121	0,42409	0,74104
Resíduo	85,6648	8	10,7081		
Total	99,28843	11			

Através da ANOVA realizado pelo programa computacional Origin® 8, podemos concluir que sendo o p-valor igual a 0,704104, não rejeitamos a hipótese nula de igualdade de médias para nível de significância  $\alpha = 0,05$ . Assim, esses resultados permitem concluir que para o nível de significância especificado, a média aritmética das porosidades aparente dos biocimentos são todas iguais. Com base nestes resultados não foi preciso utilizar o procedimento de múltiplas comparações de Tukey-Kramer.

## **CONCLUSÕES**

As propriedades obtidas para essas composições às credenciam para uso em locais onde a solicitações por carga sejam menores, em especial, para o preenchimento de cavidades ósseas, no reparo de defeitos e fraturas.

## AGRADECIMENTOS

À Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais e a UFC pela oportunidade de realização desta pesquisa. A Funcap, CNPQ e Capes pelo apoio financeiro. Ao laboratório de BIOMATERIAS da UFC.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. HENCH, L. L., WILSON, J. ***An Introduction to Bioceramics, Advanced Series in Ceramics***, vol. 1, World Scientific, London, UK, 1999.
2. KINGERY, W. D.; Bowen, H. K.; Uhlman, D. R. ***Introduction to Ceramics***. Second Edition. John Wiley & Sons, USA. New York, 1976.
3. GARCIA, A., SPIM, J. A., SANTOS, C. A.; ***Ensaio dos Materiais***, LTC: Livros Técnicos e Científicos, Editora S.A, vol. 1, 247 p. Rio de Janeiro – RJ, 2000.
4. VAN VLACK, L. H., ***Propriedades mecânicas e aplicações***. In: Propriedades dos materiais cerâmicos. São Paulo: Edgard Blucher, 1973. p. 109-129. Vieira, S., Análise de Variância (ANOVA), Editora Atlas, São Paulo, 2006.
5. PIORINO NETO, F., ***Estudo do ensaio de anel em compressão diametral para caracterização de cerâmicas em temperaturas ambiente e elevadas***. 162 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia Química, Lorena, 2000.
6. CARRODÉGUAS, R. G. ***Cementos Óseos de Fosfatos de Cálcio***. Tesis de Doctorado, Centro de Biomateriales, Universidade de la Habana. Habana, Cuba, 2000.
7. MARION, R. H.; JOHNSTONE, J. K., A Parametric Study of the Diametral Compression Test for Ceramics. ***Ceramic Bulletin***, v. 56, p. 998-1002, 1977.
8. STANLEY, P., Mechanical strength testing of compacted powders. ***International Journal of Pharmaceutics***. v. 227, n. 1-2, p. 27-38, Oct. 2001.

**CHARACTERIZATION OF PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF  
CALCIUM PHOSPHATE BIOCIMENTOS WITH ADDED CALCIUM SULFATE  
DIHYDRATE**

**ABSTRACT**

*The biocimentos calcium phosphate are considered fragile and low mechanical properties, which can in the best cases equal the trabecular bone. The objective of this study was to evaluate the diametral compressive strength and porosity of biocimento combined with calcium sulfate dihydrate. The mechanical behavior and porosity of biocimentos were evaluated using samples shaped cylinder of 6 mm height and 12 mm diameter. Data were subjected to statistical analysis, using ANOVA test to compare if the averages between levels of additives are statistically significant. It was observed that the porosity decreases with increasing concentration of calcium sulfate dihydrate. Through diametral compression test it was found that the additive of biocimento produces a significant increase in mechanical strength.*

Keywords: Biomaterials, biocimento, calcium sulfate.