



Encontro Nacional de Educação, Ciência e Tecnologia/UEPB

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO COM PROPRIEDADES PIEZOMAGNÉTICAS PARA POSSÍVEL APLICAÇÃO COMO BIOMATERIAL

Paulo Adolfo Barboza FREITAS¹, Rossemberg Cardoso BARBOSA², Rodrigo Azevedo OLIVEIRA²,
Maria Roberta de Oliveira PINTO², Marcus Vinicius Lia FOOK²

¹ Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Campina Grande-UFCG, Campus I, Campina Grande-PB. E-mail: freitaspabeq@gmail.com. Telefone: (83)9307 0898.

² Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Campina Grande-PB.

RESUMO

A terapia magnética pulsada (TMP) é uma técnica de reparação aplicada no campo da ortopedia que utiliza materiais com propriedades piezomagnéticas, para o tratamento de fraturas, não fusões e pseudoartroses congênitas. O presente trabalho teve como objetivo desenvolver e caracterizar de compósito com características piezomagnéticas, avaliando as concentrações de 2/98 e 3/97 de Ferrita de cobalto/Hidroxiapatita, a fim de se obter um material para possível aplicação na fixação óssea e tratamento por TMP. Os resultados da análise de DRX apresentaram um compósito com menos cristalinidade em relação a hidroxiapatita pura o que pode estar relacionado com a distribuição da ferrita na cerâmica, observada pela análise de EDX. A análise de propriedades magnéticas revelou que o material possui propriedades piezomagnéticas. Com base nos resultados obtidos pode-se concluir que foi possível sintetizar um compósito com propriedade piezomagnéticas a partir do método de Pechini o que, possivelmente, poderá ser aplicado na TMP.

PALAVRAS CHAVE: Biomateriais, Hidroxiapatita, Ferrita de Cobalto.

1 INTRODUÇÃO

Segundo Markov (2007) a Terapia Magnética Pulsada (TMP) consiste numa técnica que utiliza energia elétrica para dirigir uma série de pulsos magnéticos através do tecido lesado, onde cada pulso magnético induz um sinal elétrico que estimula o reparo celular.

A TMP mostrou-se favorável em estudos realizados por profissionais da área de reumatologia e fisioterapia (MOONEY, 1990; MARKOV, 2007) e faz uso de materiais que viabilizam sua aplicação. Partindo desse princípio, os biomateriais com propriedades piezomagnéticas podem contribuir diretamente melhorando os resultados desta terapia.



Encontro Nacional de Educação, Ciência e Tecnologia/UEPB

Para o desenvolvimento dos biomateriais podem ser utilizados materiais já encontrados no cotidiano humano, dentre esses, encontram-se os polímeros, os metais, as cerâmicas e os compósitos (CALLISTER, 2005). Dentre as cerâmicas, o fosfato de cálcio têm merecido lugar de destaque entre as denominadas biocerâmicas por serem biocompatíveis apresentando aparente habilidade em interagir com o tecido hospedeiro e se assemelham à composição do osso (ROSE, BRYAN-FRANKSON, 2008).

Outros materiais podem ser incorporados a uma biocerâmica, a exemplo da ferrita (PUJAR et al., 1997). A ferrita de cobalto classifica-se como ferrita mole e apresenta propriedades piezomagnéticas e/ou piezoelétricas, ou seja, quando uma tensão é aplicada no material um campo magnético é gerado e, por conseguinte, um campo elétrico, tornando-se, então, um campo eletromagnético (KAMIHARA et al., 2006).

O presente trabalho teve como objetivo desenvolver e caracterizar um compósito com propriedades piezomagnéticas para possível aplicação como biomaterial na aceleração da cicatrização de ossos lesados.

2 METODOLOGIA

Para a síntese da hidroxiapatita foram utilizados o hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) P.A., ácido fosfórico (H_3PO_4) P.A. e água destilada. A ferrita de cobalto (CoFe_2O_4) foi sintetizada utilizando como reagentes ferro reduzido e cobalto em pó, ácido cítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) P.A e etileno glicol ($\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2$) P.A..

A hidroxiapatita foi obtida pelo método de via úmida utilizando como reagentes soluções de hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) e ácido fosfórico (H_3PO_4) nas quantidades estequiometricamente determinadas de acordo com os valores das relações atômicas ou razões entre átomos de cálcio e fósforo Ca/P de 1,67.



Encontro Nacional de Educação, Ciência e Tecnologia/UEPB

O pó nanométrico da ferrita de cobalto (CoFe_2O_4) foi preparado pelo método dos precursores poliméricos de acordo com o processo Pechini (LIU et al., 2005) principiando pela síntese dos cloretos pela reação do ácido clorídrico com o ferro reduzido e o cobalto em pó e em seguida o processo Pechini.

O compósito foi sintetizado modificando-se o método Pechini já aplicado na sinterização da ferrita de cobalto da forma que a hidroxiapatita foi adicionada ao material quando ele ainda se encontrar em forma de pasta viscosa. A incorporação da ferrita de cobalto à hidroxiapatita foi feita nas proporções de 2/98 ($\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{HA}$) e 3/97 ($\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{HA}$). Após obtenção dos compósitos os mesmos foram caracterizados por Difração de Raios X (DRX), Espectroscopia por energia dispersiva de Raios X (EDS) e Propriedades Magnéticas.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

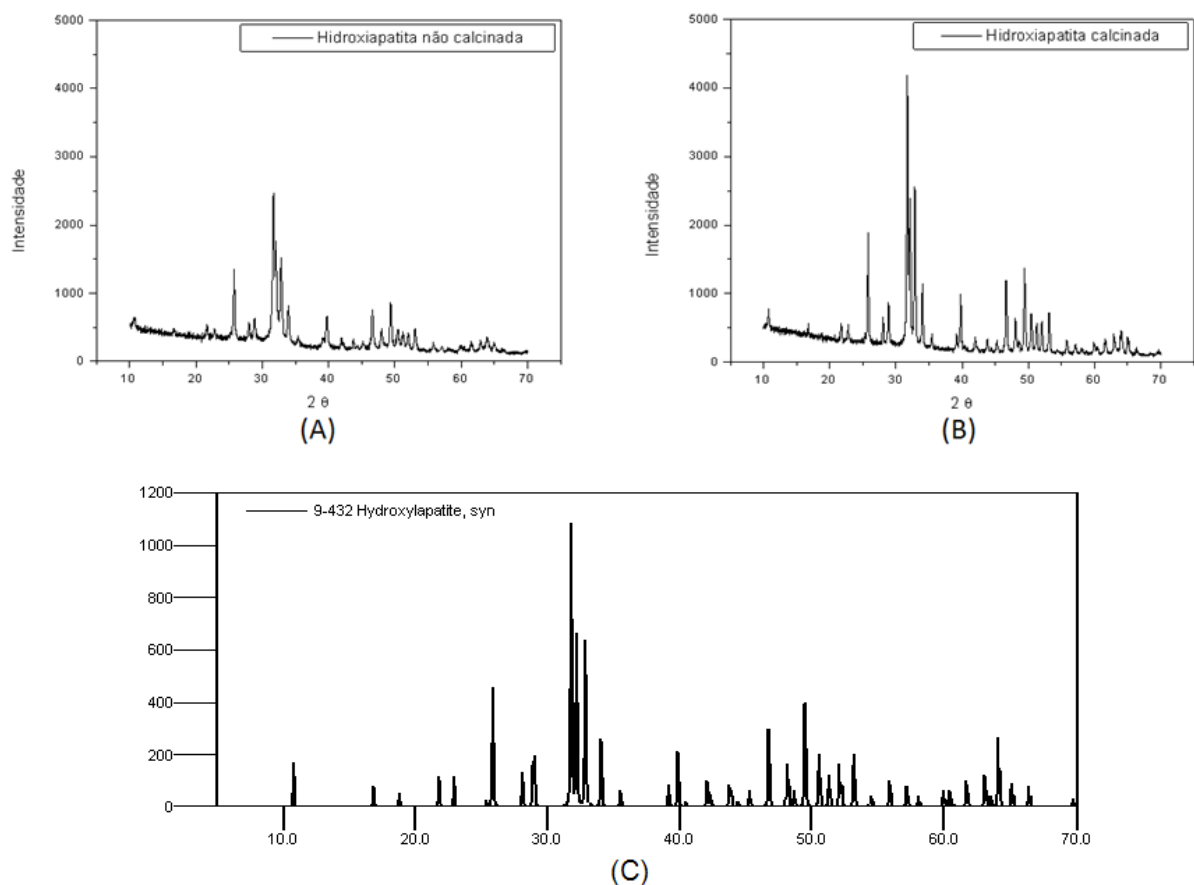
Difração de raios X (DRX)

A análise por DRX foi utilizada para identificar as fases cristalinas presentes no material e confirmar a pureza da fase da hidroxiapatita, o aumento de sua cristalinidade depois de calcinada a 900°C e a cristalinidade dos compósitos sintetizados. Este estudo foi conduzido a temperatura ambiente em um equipamento Shimadzu XRD-7000 a 40 kV e 30 mA e com um comprimento de onda $\lambda \text{CuK}\alpha = 0.154 \text{ nm}$. A amostra em forma de pó (#200) foi analisada em um intervalo de varredura de 2θ , entre 10 e 70 graus, a uma taxa de $2^\circ/\text{min}$.

Na Figura 1 estão presentes os difratogramas de raios X das amostras de hidroxiapatita não calcinada, hidroxiapatita calcinada e da ficha cristalográfica padrão da hidroxiapatita disponível no banco de dados ICDD (Ficha 9-432) para comprovar que o material analisado realmente apresenta as fases características da hidroxiapatita.



Figura 1: Difratoograma da hidroxiapatita (A) não calcinada e (B) calcinada, (C) ficha cristalográfica padrão da hidroxiapatita.



Com as análises de difração de raios X pode-se revelar a pureza de fase da hidroxiapatita quando comparada com a ficha cristalográfica padrão percebendo que não existem diferenças significativas nas localizações dos picos.

Nos difratogramas pode-se perceber a acentuação e afilamentos dos picos comparando-se a hidroxiapatita não calcinada com a hidroxiapatita calcinada a 900°C, o que indica o aumento na cristalinidade da cerâmica sintetizada.

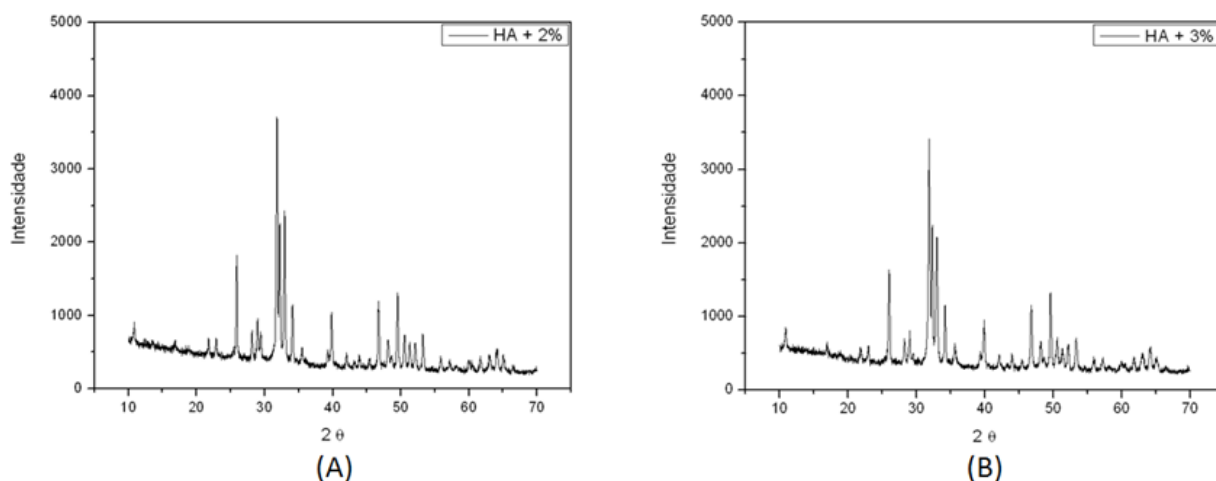
Na Figura 2 pode-se observar os difratogramas de DRX dos compósitos estudados e constatar uma diminuição na intensidade dos picos o que está



Encontro Nacional de Educação, Ciência e Tecnologia/UEPB

diretamente ligada ao aumento da concentração da ferrita de cobalto no material, tornando-o menos cristalino quando comparado ao difratograma da hidroxiapatita calcinada.

Figura 2: Difratograma dos compósitos (A) 2/98 (CoFe₂O₄/HA), (B) 3/97 (CoFe₂O₄/HA).



Espectroscopia de Energia Dispersiva de raios X (EDS)

A composição química dos elementos presentes nas amostras e a comprovação da incorporação da ferrita de cobalto a hidroxiapatita foi obtida por espectroscopia por EDS acoplado ao microscópio eletrônico de bancada, modelo TM 1000 HITACHI.

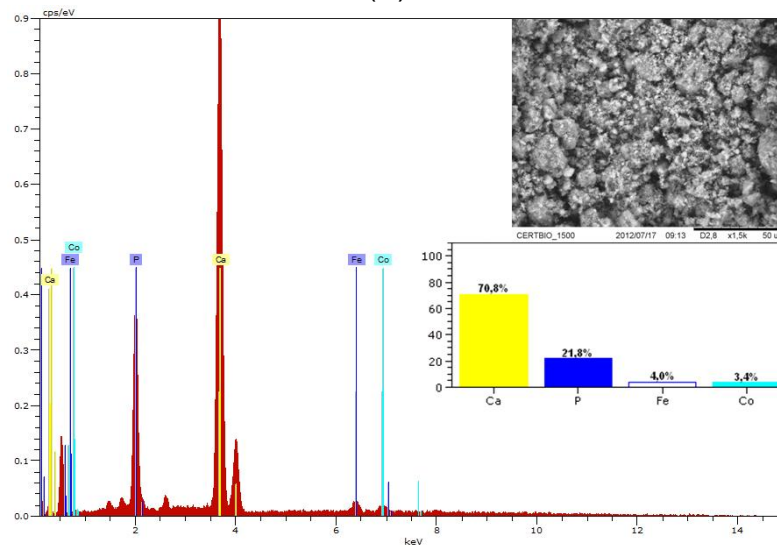
Na análise por EDS dos compósitos analisou-se a presença da hidroxiapatita e ferrita de cobalto como observada na Figura 3.



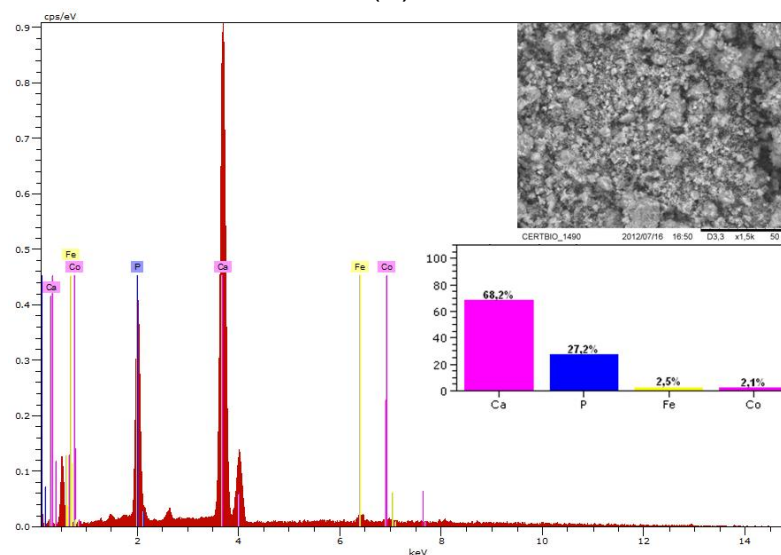
Encontro Nacional de Educação, Ciência e Tecnologia/UEPB

Figura 3: EDX (A) 2/98 (CoFe₂O₄/HA) x1,5k; (B) 3/97 (CoFe₂O₄/HA) x1,5k.

(A)



(B)



Em todas as amostras estudadas pode-se observar os picos de ferro e cobalto (relacionados a ferrita), cálcio e fósforo (relacionados a hidroxiapatita) o que confirma a presença da ferrita de cobalto na cerâmica, presença essa que pode ser observada em aumentos de até x10000, esses resultados mostram que a



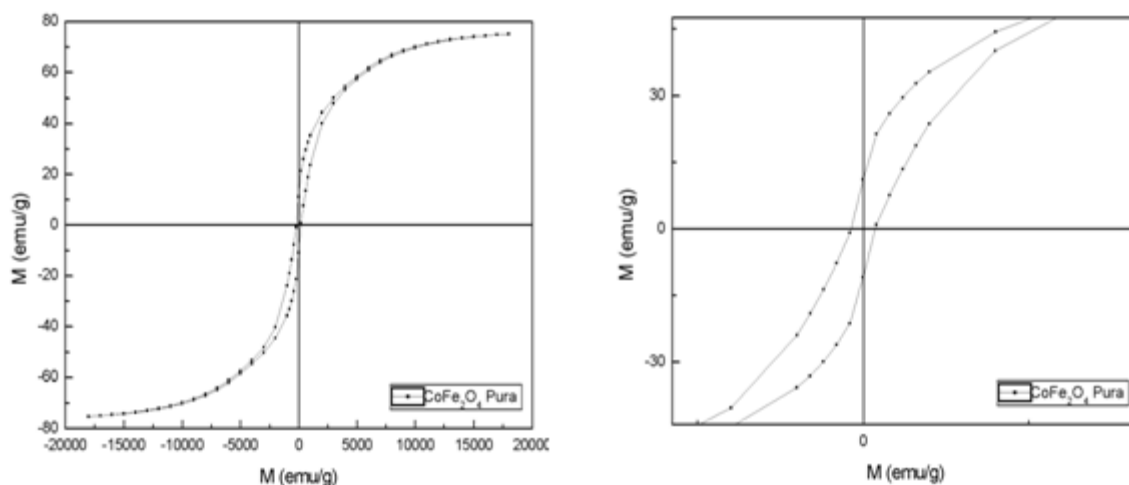
Encontro Nacional de Educação, Ciência e Tecnologia/UEPB

diminuição da cristalinidade do composto final em relação a hidroxiapatita pura calcinada apresentado nas análises de DRX dá-se pela distribuição da ferrita por toda a cerâmica.

Propriedade Piezomagnética

Para realização deste ensaio foi utilizado um Magnetômetro da Amostra Vibrante (MAV), que foi desenvolvido com a autonomia de medir $M \times T$ num intervalo de temperatura (T) de 77 a 650K em campos magnéticos (M) de até 10kOe, onde Oe é a unidade que define o máximo de campo magnético obtido pela amostra, além disso, o ciclo de histerese pode ser traçado em campos de -10 a 10kOe na mesma região de temperatura. Tendo em vista a pouca concentração da ferrita de cobalto no composto, resolveu-se realizar a análise das propriedades magnéticas, fazendo um comparativo das propriedades da ferrita de cobalto pura, conforme Figura 4 e as propriedades magnéticas das composições de 2/98 ($\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{HA}$) e 3/97 ($\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{HA}$), conforme a Figura 5.

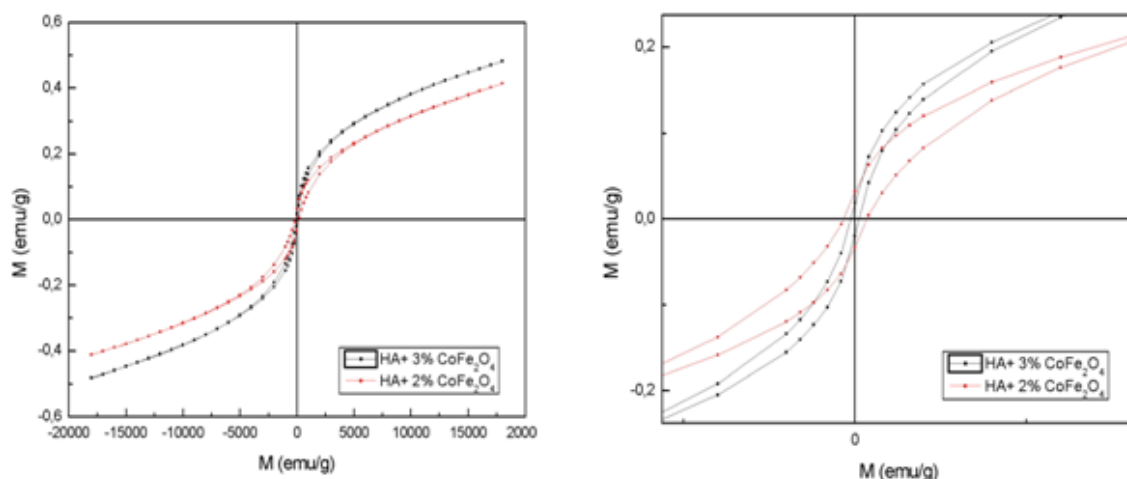
.Figura 4: Curva de histerese da propriedade magnética do composto de ferrita de cobalto pura.





Encontro Nacional de Educação, Ciência e Tecnologia/UEPB

Figura 5: Curva de histerese da propriedade magnética das composições de 2/98 (CoFe₂O₄/HA) e 3/97 (CoFe₂O₄/HA).



As curvas que determinam propriedades magnéticas do composto apresentaram uma ferrita mole com susceptibilidade inicial relativamente alta, o que mostra que a forma dos laços de histerese (amostras diluídas) permaneceu compatível com o comportamento magnético de CoFe₂O₄ como observado na Figura 4.

Fazendo um comparativo entre as amostras de 2/98 (CoFe₂O₄/HA) e 3/97 (CoFe₂O₄/HA), presentes na Figura 5, observa-se uma maior dificuldade para saturação das amostras de 2/98 (CoFe₂O₄/HA), provavelmente devido à diminuição do tamanho médio das partículas ou diminuição das interações de troca entre as nanopartículas de CoFe₂O₄, ou seja, com a diminuição da quantidade de ferrita de cobalto na amostra, a interação das partículas de ferrita de cobalto diminuíram pela presença da hidroxiapatita.



Encontro Nacional de Educação, Ciência e Tecnologia/UEPB

4 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos pode-se concluir que foi possível sintetizar um compósito com menor cristalinidade, adequada distribuição da ferrita de cobalto e propriedades piezomagnéticas a partir do método de Pechini o que, possivelmente, poderá ser aplicado na TMP.

REFERÊNCIAS

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Rio de Janeiro: LTC, 2005.

KAMIHARA, Y et al. **Iron-Based Layered Superconductor:LaOFeP**. Journal of American Chemical Society Communications, v.128, n.31, p.10012-10013, 2006.

LIU, X. M.; FU, S. Y; HUANG, C. J. **Synthesis and magnetic characterization of novel CoFe₂O₄ –BiFeO₃ nanocomposites**. Materials Science and Engineering: B, 2005, v. 121, n. 3, p. 255-260.

MARKOV, M.S. **Therapeutic application of static magnetic fields**. Environmentalist, Williamsville, NY, v.27, i.4, p.457–63, 2007.

PUJAR, R. B. et al. **Compositional, temperature and frequency dependence of initial permeability in Zr⁴⁺ substituted Mg-Zn ferrites**, Journal of Materials Science Letters, v. 16, p.1668-1669,1997.

RATNER B. D.; HOFFMAN A. S.; SCHON F. J.; LEMONS J. E. **Biomaterials science an introduction to materials in medicine**. San Diego, California, 2004, p. 162-164.



Encontro Nacional de Educação, Ciência e Tecnologia/UEPB

ROSE, Rec.; BRYAN-FRANKSON, BA. **Is There Still A Role For Pulsed Electromagnetic Field in the Treatment of Delayed Unions and Nonunions.** The Internet Journal of Orthopedic Surgery, v.10, n. 1, 2008.