



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
ENGENHARIA DE MATERIA



ENG 02298 TRABALHO DE DIPLOMAÇÃO

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CIMENTO DE  
FOSFATO DE CÁLCIO E MODELAGEM DE IMPLANTES  
FACIAIS

Aluno: Camila Ferreira Escobar  
Matrícula: 00135887

Professor Orientador: Luis Alberto dos Santos

Dezembro de 2010

## **AGRADECIMENTOS**

Este trabalho somente pode ser desenvolvido graças à ajuda e apoio, primeiramente, da minha família, que me incentivou em todos os momentos, através da compreensão, perseverança e do carinho, ao Gilberto Cavalheiro, meu companheiro dedicado e amigo que está ao meu lado sempre, a Lara Elena Gomes, que acompanho as etapas deste trabalho e ajudou na sua execução. Agradeço à UFRGS (Universidade Federal do Rio Grande do Sul), através da educação de qualidade e gratuita, aos Professores Doutores Luis Alberto dos Santos, Wilson Kindlein Jr. e Liane Roldo pelo estímulo à pesquisa e ao aprendizado adquirido, aos Laboratórios e equipes de pesquisa do LdSM (Laboratório de Design e Seleção de Materiais) e LABIOMAT (Laboratório de Biomateriais), que disponibilizaram suas infra-estruturas para a execução deste trabalho, a Rafaela Silveira e Wilbur Trajano pela colaboração nas etapas de obtenção do cimento de fosfato de cálcio, aos demais Laboratórios e Professores do Departamento de Materiais pelo acesso e auxílio aos ensaios e caracterizações pertencentes a este trabalho, a PROMM Indústria de Materiais Cirúrgicos por ter proporcionado os casos analisados.

## RESUMO

Os cimentos de fosfato de cálcio são biomateriais bioativos, e são amplamente utilizados na medicina devido à similaridade química de alguns fosfatos de cálcio com a fase mineral de tecidos ósseos e favorecem o crescimento ósseo (osteocondutor). Porém esses materiais possuem baixa resistência mecânica. Em implantes faciais o uso desses cimentos apresenta vantagens, pois não há transferência de tensões elevadas nessas regiões. Traumas faciais ósseos são geralmente difíceis de serem reparados com a inserção de implantes padronizados, por causa da complexidade da fratura. A modelagem dos implantes pode ser realizada por métodos manuais ou computacionais. O objetivo deste trabalho foi à obtenção e caracterização do cimento de fosfato de cálcio  $\alpha$  – TCP, modelagem de implantes faciais por dois métodos distintos, apontando as vantagens e desvantagens de cada procedimento de modelagem. O cimento  $\alpha$  – TCP obtido apresentou fase  $\beta$  como impureza. A porosidade aparente do cimento foi elevada, esta pode ocasionar o crescimento de tecido, porém pode ter afetado negativamente nas propriedades mecânicas. Os valores de resistência à compressão e tenacidade à fratura mostraram-se baixos. A presença de fase  $\beta$  e a alta porosidade podem ser os causadores disto. A modelagem manual mostrou ser viável economicamente, porém não pode ser garantida uma precisão dimensional. A modelagem computadorizada apresenta precisão dimensional mais apurada, porém envolve altos custos, mão-de-obra qualificada e tempos de modelagem maiores.

## SUMÁRIO

<b>ÍNDICE DE FIGURAS.....</b>	<b>1</b>
<b>LISTA DE TABELAS.....</b>	<b>2</b>
<b>LISTA DE ABREVIACÕES.....</b>	<b>3</b>
<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>4</b>
<b>2. OBJETIVOS.....</b>	<b>5</b>
<b>3. REVISÃO DA LITERATURA</b>	
3.1. Biomateriais.....	5
3.2. Fosfatos de cálcio.....	7
3.3. Titânio.....	13
3.4. Produção do Biomodelo e Processamento de Imagens Computacionais.....	14
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS</b>	
4.1. Obtenção do $\alpha$ – TCP .....	17
4.2. Caracterização do $\alpha$ – TCP.....	18
4.3. Modelagem dos implantes.....	21
4.4. Manufatura de implantes.....	23
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	
5.1 Caracterização do $\alpha$ – TCP .....	25
5.2 Modelagem dos implantes.....	29
<b>6. CONCLUSÕES.....</b>	<b>33</b>
<b>7. SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS.....</b>	<b>33</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>34</b>
<b>ANEXO I.....</b>	<b>37</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Diagrama de fases do sistema $2\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5$ e $\text{CaO}^{12}$ .....	12
Figura 2: Etapas do processo de manufatura do biomodelo.....	15
Figura 3: Fluxograma do processo de obtenção de peças.....	16
Figura 4: Representação do ensaio de flexão em quatro pontos.....	20
Figura 5: Biomodelo da região facial do paciente.....	21
Figura 6: Implantes modelados manualmente a) assoalho de órbita e b) osso zigomático.....	22
Figura 7: Imagem 2D do software <i>Invesálius</i> .....	22
Figura 8: Sólido 3D no formato <i>stl</i> importado no programa <i>Geomagic Studio</i> .....	23
Figura 9: Implantes produzidos via manipulação de superfícies, a) osso zigomático e b) assoalho de órbita.....	23
Figura 10: Implante conformado em molde de silicone.....	24
Figura 11: Implante de $\alpha$ – TCP reforçado com titânio.....	24
Figura 12: Difração de raio X do cimento de fosfato de cálcio contendo $\alpha$ e $\beta$ – TCP.....	25
Figura 13: Espectroscopia no infravermelho do $\alpha$ – TCP.....	26
Figura 14: Histograma da distribuição de tamanho de partícula do cimento após 2h de moagem à úmido.....	26
Figura 15: a) Ensaio de compressão e b) flexão de 4 pontos para determinação da tenacidade à fratura.....	27
Figura 16: Região de fratura do $\alpha$ – TCP, a) 3000X, b) 5000X e c) 8000X.....	29
Figura 17: Digitalização do implante zigomático.....	30
Figura 18: Implantes do osso zigomático produzidos por a) modelagem virtual e b) modelagem manual.....	30
Figura 19: Implantes de assoalho de órbita produzidos por a) modelagem virtual e b) modelagem manual.....	31

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Vantagens e desvantagens dos biomateriais <sup>4</sup> (adaptado).....	7
Tabela 2: Classificação de alguns fosfatos de cálcio. Hench <sup>7</sup> .....	8
Tabela 3: Compostos utilizados em composição de CFC. Pereira <sup>8</sup> .....	9
Tabela 4: Composição química do titânio e suas ligas. Pereira <sup>14</sup> .....	13
Tabela 5: Dimensões dos corpos de prova utilizados no ensaio de tenacidade à fratura.....	21
Tabela 6: Porosidade real e porosidade aparente do $\alpha$ – TCP.....	27
Tabela 7: Resistência à compressão do $\alpha$ – TCP.....	28
Tabela 8: Tenacidade à fratura obtida através do ensaio de flexão em 4 pontos.....	28

## LISTA DE ABREVIACOES

**CAD** - *Computer Aided Design*

**CAM** - *Computer Aided Manufacture*

**CC** - Carbonato de clcio

**CFC** - Cimento de fosfato de clcio

**CNC** - controle numrico computacional

**CSH** - Sulfato de clcio hemi-hidratado

**CT** - Computed Tomography

**DCP** - Hidrogenofosfato de clcio (monetita)

**DCPD** - Hidrogenofosfato de clcio diidratado (brushita)

**DRX** - Difraco por Raio X

**FTIR** – Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier

**g** - grama

**HA** - Hidroxiapatita

**MEV** – Microscopia eletrnica de varredura

**MCPM** - Diidrogenofosfato de clcio monoidratado

**mm** – milmetro

**MPa** – Mega pascal

**MRI** - *Magnetic Resonance Imaging*

**OCP** - Fosfato octaclcico

**P<sub>ap</sub>** - Porosidade aparente;

**PR** - prototipagem rpida

**TCP** - fosfato triclcico

**TTCP** - Fosfato tetraclcico

**α – TCP** – Fase alfa do fosfato tricalcio

**β – TCP** - Fase alfa do fosfato tricalcio

**μm** - micrometro

**σ** – Tenso de compresso

**ρ** – densidade

## 1. INTRODUÇÃO

A pesquisa e o desenvolvimento em biomateriais auxiliam em uma melhor qualidade de vida de pessoas com traumas físicos, e dependendo da aplicação podem recuperar ou melhorar funções debilitadas.

Existem biomateriais cerâmicos, metálicos, poliméricos e compósitos, o principal pré-requisito para a seleção de um material em aplicações médicas é ser biocompatível, ou seja, o material e seus produtos de degradação devem ser tolerados pelos tecidos envoltórios e não causar prejuízo ao organismo a curto e longo prazo<sup>1</sup>.

O emprego de biomateriais em implantes e enxertos é crescente, principalmente devido ao aumento da vida média da população e ao índice elevado de acidentes automobilísticos. O mercado mundial de biomateriais gerou o valor de US \$ 300 bilhões em 2005. Este mercado cresce a uma taxa de 20% ao ano, e um número crescente de cientistas envolvidos na fabricação e pesquisa de biomateriais<sup>2</sup>.

Atualmente, os materiais bioativos e bioabsorvíveis são muito estudados devido a sua ótima biocompatibilidade. Entre os materiais bioativos, um dos mais utilizados é o cimento de fosfato de cálcio, devido à similaridade química de alguns fosfatos de cálcio com a fase mineral dos tecidos ósseos. Sua aplicação favorece o crescimento ósseo nos locais em que se encontra (osteocondutor), estabelecendo ligações de natureza química entre o implante e o tecido ósseo (bioativo)<sup>1</sup>. Por se tratar de um material cerâmico, seu uso está restrito aos locais onde são solicitados poucos esforços de tração. Seu uso para fabricação de implantes ortopédicos de próteses de joelho e quadril, por exemplo, é limitado por não suportar cargas intensas. Em alguns casos, o cimento de fosfato de cálcio é aplicado como revestimento de materiais metálicos, aumentando a compatibilidade do implante. Em implantes e enxertos faciais apresenta vantagens como preenchimento ósseo, pois as solicitações de esforços mecânicos são menores.

Fraturas faciais geralmente apresentam geometrias complexas e são difíceis de serem reparadas com métodos tradicionais de moldagem *in-situ* e implantes padronizados. Nesses casos a modelagem personalizada é uma alternativa, pois apresentam vantagens quando comparado com estes: diminuição do tempo de cirurgia, melhores resultados estéticos e redução do risco de infecção. Porém apresentam custos maiores e exige o domínio de uma tecnologia ainda incipiente, quando comparada aos métodos tradicionais<sup>3</sup>.

A personalização do implante pode ser realizada a partir de imagens digitalizadas 2D obtidas através de tomografia computadorizada – CT (Computed Tomography), Ressonância Magnética - MRI (*Magnetic Resonance Imaging*) ou por outros sistemas de digitalização (baseados na modelação computadorizada). A modelação física dessas imagens 2D é realizada em um sistema CAD (*Computer Aided Design*), e gera modelos digitais 3D, que posteriormente são enviados a máquina, através do sistema CAM (*Computer Aided Manufacture*), que processa as camadas em seqüência, gerando o implante, o biomodelo (protótipos biomédicos) ou ambos.

A interação multidisciplinar de engenheiros, cirurgiões e patologistas no desenvolvimento e aplicação de biomateriais é indispensável devido à necessidade do entendimento de diferentes campos do conhecimento. O estudo da relação estrutura x propriedades dos materiais e resposta biológica, biologia celular e molecular, anatomia, fisiologia, histopatologia, imunologia, cirurgia experimental, é fundamental para o aprimoramento neste campo.

## **2. OBJETIVOS**

Este trabalho teve como objetivo a obtenção e caracterização de cimento de fosfato de cálcio e sua aplicação em implantes faciais utilizando como reforço lâminas de titânio comercialmente puro. Também avaliou-se dois métodos de modelagem de implantes, visando a customização e a reconstrução óssea.

**Palavras chaves:** Reconstrução óssea, cimento de fosfato de cálcio, modelagem de implantes faciais.

## **3. REVISÃO DA LITERATURA**

### **3.1 Biomateriais**

Os biomateriais são utilizados desde os primórdios dos tempos para restauração de partes danificadas do corpo humano. Há cerca de 2000 anos atrás romanos, chineses e astecas utilizavam ouro em reparos de dentes, olhos de vidro dentes, mãos, pernas e outros membros em madeira. O desenvolvimento de materiais em aplicações médicas durante a Idade Média foi diminuto, e somente a partir da Revolução Industrial obteve-se maior conhecimento sobre a anatomia e fisiologia do corpo humano e o aprimoramento de materiais e técnicas cirúrgicas. A partir de 1860 com o advento de

uma técnica asséptica cirúrgica desenvolvida pelo Dr. Lister houve aumento do emprego dos biomateriais, pois anteriormente estes provocavam infecções. Durante o século XX há uma maior compreensão das reações biológicas e infecciosas. Após a 2ª Guerra Mundial, médicos observaram em ex-combatentes feridos que alguns materiais de projéteis promoviam uma menor reação de corpo estranho. Assim, muitos materiais passaram a ser utilizados em técnicas de transferência de tecidos ou ainda como materiais para próteses e dispositivos médicos<sup>5</sup>. No final da década de 70 começou a ser usado grânulos de hidroxiapatita e fosfato tricálcico para preenchimento de cavidades ósseas ou em doenças ósseas em que ocorre efeito desmineralizante<sup>6</sup>.

Há diversas definições de biomateriais, sendo a mais aceita atualmente da Conferência de Consenso (1982), que conceitua biomaterial como qualquer substância ou combinações destas, exceto drogas e fármacos, de origem natural ou sintética, utilizado por um intervalo de tempo curto ou longo, substituindo parcial ou totalmente qualquer tecido, órgão ou função do organismo, com a finalidade de manter ou melhorar a qualidade de vida do indivíduo.

Segundo Hench<sup>7</sup> os biomateriais podem ser classificados de acordo com o comportamento biológico:

*Biotoleráveis*: materiais apenas tolerados pelo organismo, sendo isolados dos tecidos adjacentes por meio da formação de camada envoltória de tecido fibroso. Esta camada é induzida por meio da liberação de compostos químicos, íons, produtos de corrosão e outros por parte do material implantado, Quanto maior a espessura da camada de tecido fibroso formada, menor a tolerabilidade dos tecidos ao material. Os materiais biotoleráveis são praticamente todos os polímeros sintéticos assim como a grande maioria dos metais.

*Bioinerte*: materiais também tolerados pelo organismo, mas a formação de envoltório fibroso é mínima, praticamente inexistente. O material não libera componentes ou, mais realisticamente, o faz em quantidades mínimas. A quantidade de células fagocitárias na interface é mínima, a resposta fagocítica será passageira e uma fina cápsula tomará lugar após o implante. Em alguns casos esta camada é praticamente imperceptível. Os materiais bioinertes mais utilizados são alumina, zircônia, titânio e suas ligas e carbono.

*Bioativos*: Materiais em que ocorrem ligações químicas entre o material e o tecido ósseo (osteointegração). Em função da similaridade química entre esses materiais e a parte mineral óssea, os tecidos ósseos se ligam a eles, permitindo a osteoindução por meio do recobrimento por células osseas. Os principais materiais desta classe são os vidros e vitrocerâmicas à base de fosfatos de cálcio, a hidroxiapatita e os compostos de fosfato de cálcio.

*Reabsorvíveis*: Materiais que são degradados, solubilizados ou fagocitados pelo organismo após certo período de tempo em contato com os tecidos. Tais materiais são extremamente interessantes em aplicações clínicas em função de ser desnecessária nova intervenção cirúrgica para a retirada do material de implante. Os principais exemplos desses materiais são o fosfato tricálcico (TCP) e ácido polilático.

Há também a classificação de acordo com a composição química (metálicos, cerâmicos, poliméricos, compósitos). A tabela 1 mostra as vantagens e desvantagens de cada um deles.

Tabela 1: Vantagens e desvantagens dos biomateriais<sup>4</sup>(adaptado).

<b>Material</b>	<b>Vantagens</b>	<b>Desvantagens</b>	<b>Exemplos de aplicações</b>
<b>Polímeros</b>	Resiliência, fácil processamento, baixa densidade	Baixa resistência mecânica, degradação com o tempo	Suturas, acetábulo de quadril, orelha, nariz, outros tecidos moles.
<b>Metais</b>	Boa resistência mecânica, ductilidade, bons condutores de calor e eletricidade.	Alta densidade, suscetíveis à corrosão	Substituição de juntas, ossos chatos, implantes dentários, fios odontológicos.
<b>Cerâmicos</b>	Boa resistência à compressão, duras.	Frágil, não resiliente	Cabeça femural, coroa dental, implantes ortopédicos.
<b>Compósitos</b>	Bom desempenho mecânico, fabricação sob medida.	Difícil processamento	Substituição de juntas, válvulas cardíacas.

### 3.2 Fosfatos de Cálcio

Os fosfatos de cálcio são cerâmicas bioativas. Tem ganhado destaque nos últimos anos devido à similaridade com a composição química da matriz óssea. Os fosfatos de cálcio são classificados de acordo com a razão molar entre Ca/P, como apresentado na tabela 2.

Tabela 2: Classificação de alguns fosfatos de cálcio. Hench<sup>7</sup>.

Fosfato de cálcio	Sigla	Fórmula química	Razão Ca/P	Resposta biológica
<b>Metafosfato de Cálcio</b>	CPM	$\text{Ca}(\text{PO}_3)_2$	0,5	Forte atividade macrofágica
<b>Pirofosfato de Cálcio</b>	CPP	$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$	1	Forte atividade macrofágica
<b>Fosfato de Cálcio Anidro (monetita)</b>	DCP	$\text{CaHPO}_4$	1	Fraca atividade macrofágica
<b>Hidrogenofosfato de Cálcio Diidratado (Brushita)</b>	DCPD	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1	Fraca atividade macrofágica
<b>Fosfato Octacálcico</b>	OCP	$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1,33	Reabsorvível
<b>Fosfato tricálcico (<math>\alpha, \beta</math>)</b>	TCP	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1,5	Reabsorvível
<b>Hidroxiapatita HA</b>	HA	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	1,67	Bioativo
<b>Fosfato Tetracálcico</b>	TTCP	$\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$	2	Sem relevância clínica

*Hidroxiapatita (HA)*: É um fosfato de cálcio hidráulico, tem razão Ca/P de 1,67 e composição química  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  (tabela 2). Apresenta fase estável de estrutura hexagonal, é a fase mais estável dentre os fosfatos de cálcio quando em contato com os fluídos corpóreos. Está presente na composição mineral de ossos e dentes humanos (cerca de 95%), por esta razão é considerada um dos materiais mais biocompatíveis conhecidos, favorecendo o crescimento ósseo através da formação de ligações químicas entre ela e a matriz óssea (osteocondutor), o que favorece a proliferação de fibroblastos, osteoblastos e outras células ósseas. A superfície da HA permite interações do tipo dipolo com moléculas de água, proteínas e colágeno, causando a adsorção destas e conseqüente regeneração tecidual<sup>8</sup>. Atua no organismo dos vertebrados como reserva de cálcio e fósforo. A hidroxiapatita biológica contém também os íons  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ , em concentrações diversas, permitindo o controle desses íons nos líquidos corpóreos através da sua liberação ou armazenagem<sup>1</sup>.

#### *Cimento de fosfato de cálcio (CFC)*

Os CFCs foram descobertos por Legeros<sup>9</sup> e Brown e Chow<sup>10</sup> no início dos anos 1980. Eles demonstraram a formação de hidroxiapatita à temperatura ambiente ou corporal por meio de uma reação de “pega”. Este foi um importante avanço no campo da investigação em biocerâmicas, uma vez que forneceu um material moldável e, portanto, poderia adaptar-se à cavidade óssea, apresentando uma boa fixação e um

ótimo contato entre o tecido ósseo e o biomaterial, necessária para estimular o crescimento ósseo.

Os CFC são cimentos hidráulicos, ou seja, a água é usada como fase líquida. A pega e o endurecimento do cimento ocorrem através da dissolução e precipitação de fosfatos de cálcio. Podem ser preparados a através da mistura de sal de fosfato de cálcio com água ou uma solução aquosa para formar uma pasta que reage à temperatura ambiente ou corpórea, dando origem a um precipitado que contenha um ou mais fosfatos de cálcio, que define o entrecruzamento das os cristais deste precipitado. A tabela 3 apresenta os compostos utilizados em composições de CFC. São aplicados principalmente em implantes ortopédicos, maxilofaciais e dentários.

Tabela 3: Compostos utilizados em composição de CFC. Pereira<sup>8</sup>.

Abreviatura	Nome	Fórmula
MCPM	Diidrogenofosfato de cálcio monoidratado	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
DCPD	Hidrogenofosfato de cálcio diidratado (brushita)	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
DCP	Hidrogenofosfato de cálcio (monetita)	$\text{CaHPO}_4$
OCP	Fosfato octacálcico	$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
TCP ( $\alpha$ , $\beta$ )	Fosfato tricálcico	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$
HA	Hidroxiapatita	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$
TTCP	Fosfato tetracálcico	$\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$
CC	Carbonato de cálcio	$\text{CaCO}_3$
CSH	Sulfato de cálcio hemi-hidratado	$\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Eles têm a capacidade de formar uma ligação direta com o osso, e são materiais osteocondutores. Além disso, podem ser reabsorvíveis, com uma taxa de reabsorção que depende da sua composição e características microestruturais.

Estes cimentos são compostos por dois componentes, uma base e um ácido, que reagem quando misturado com água, produzindo um ou mais produtos com acidez intermediária. O cimento é aplicável na enxertia e substituição dos danificados peças do sistema ósseo, oferecendo uma série de vantagens tais como<sup>1</sup>:

- Não é necessário dar forma à cavidade;
- Mínima cavidade;
- Atóxico;

- Preparação do cimento pode ser feita no bloco cirúrgico, durante a cirurgia;
- Ótimo contato entre osso e implante;
- Biocompatibilidade e bioatividade.
- A reação de pega dos CFCs é fixada pelos componentes do cimento em pó.

Alguns pré-requisitos são necessários para aplicação médica<sup>11</sup>:

- Ser atóxico;
- Perfeita adesão ao tecido duro;
- Ausência de propriedades alogênicas ou cancerogênicas;
- Fácil manipulação;
- Dar pega ou endurecer “in vivo” em um tempo razoável;
- Resistência mecânica apropriada e permanente;
- Ser reabsorvível;
- Condutor e estimulador da formação de novo tecido ósseo;
- Tempo de pega e endurecimento controláveis.

Os requisitos ideais para a reconstrução óssea são<sup>12</sup>:

- O tempo requerido para a mistura deve ser curto: 1 min ou menos;
- O tempo de pega deve ser tal que permita a manipulação apropriada do material sem ser demasiadamente longo: a pega deve iniciar-se por volta de 5 min e finalizar-se entre 15 ou 20 min;
- O tempo de preparo da massa (tempo durante o qual se pode moldar o material sem afetar sua resistência final) deve ser próximo ao tempo de pega inicial: por volta de 5 min;
- O tempo de coesão (o momento a partir do qual o cimento não se incha nem se desintegra em contato com os fluidos corporais) deve ser mais curto que o tempo de preparo e de pega inicial;
- A resistência à compressão final deve ser pelo menos similar à do tecido reparado;
- Não deve produzir calor durante a pega;

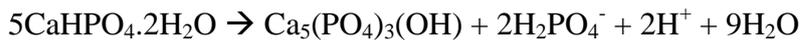
- O pH deve ser neutro (6,5 - 8,5) durante e depois da pega para evitar efeitos citotóxicos.

Algumas das reações de conversão ocorridas nos fosfato de cálcio em suspensão aquosa estão descritas abaixo:

1. MCPM  $\rightarrow$  DCPD



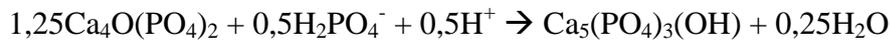
2. DCPD  $\rightarrow$  HA



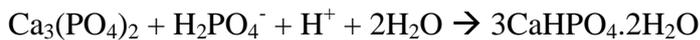
3. TCP  $\rightarrow$  HA



4. TTCP  $\rightarrow$  HA



5. TCP  $\rightarrow$  DCPD



*Cimento de fosfato tricálcico (TCP):*

É um dos mais utilizados na área biomédica, juntamente com a HA. Tem composição química  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  e apresenta a fase  $\beta$  estável em baixas temperaturas, transformando em  $\alpha$  a partir de 1125 °C. A fase  $\alpha$  é estável até a temperatura de 1430 °C, temperatura em que se transforma em  $\alpha'$ , fase estável até a temperatura de fusão, de acordo com o diagrama de fases da figura 1.

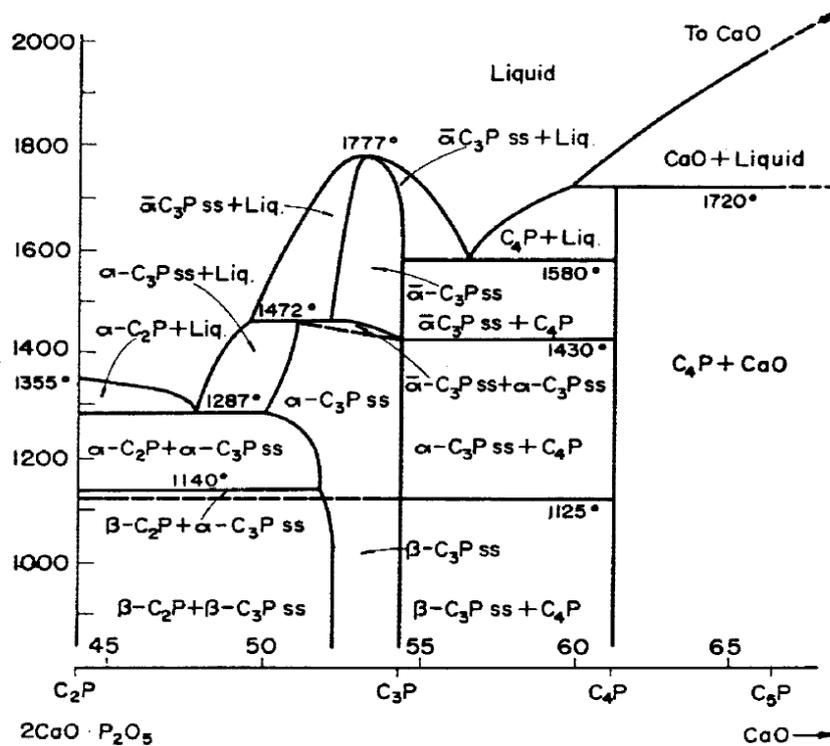


Figura 1: Diagrama de fases do sistema  $2\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5$  e  $\text{CaO}^{13}$ .

A transformação da fase  $\beta$  para  $\alpha$  é reversível, porém lenta, e para a formação de  $\alpha$  - TCP com alto grau de pureza é requerido tratamento térmico com elevado tempo e patamares de temperatura (acima de  $1200\text{ }^\circ\text{C}$ ), para que ocorra a total conversão para fase  $\alpha$  e um resfriamento brusco, evitando assim a presença de  $\beta$  - TCP<sup>6</sup>. Ambos os cimentos são utilizados em implantes dentários bucomaxilofaciais e ortopédicos. Os cimentos comerciais contem  $\alpha$  - TCP como fase majoritária e  $\beta$  - TCP como impureza. Segundo Carrodegua<sup>14</sup>, a dificuldade em obter somente  $\alpha$  -TCP pode ser justificada pela presença de impurezas contendo Mg, presente geralmente em compostos de cálcio utilizados como precursores na síntese desses cimentos, tende a estabilizar a fase  $\beta$ . Ele atua como substituto do Ca em sistemas TCP ( $\text{Ca}_{3-x}\text{Mg}_x(\text{PO}_4)_2$ ) e sistemas contendo somente  $\alpha$  -TCP podem ser obtidos a partir de  $1500\text{ }^\circ\text{C}$ .

A fase  $\beta$  presente no sistema  $\alpha$  -TCP pode diminuir sua resistência mecânica, geralmente se obtém sistemas com 98% de  $\alpha$  -TCP, sendo 15% deste percentual de  $\beta$  - TCP e 2% de fase líquida. Esta fase é considerada impureza do  $\alpha$  - TCP.

### 3.3 Titânio

Foi utilizado na fabricação de implantes a partir da década de 1930, observou-se que este foi tolerado quando inserido em fêmur de gatos. É considerado como um biomaterial inerte.

É um metal de transição pertencente à família 4 da tabela periódica, têm baixa densidade em relação a outros metais ( $4,5 \text{ g/cm}^3$ ), boas propriedades químicas e mecânica e ótima resistência à corrosão. Tem como desvantagem o alto custo comparado com outros metais.

O titânio comercialmente puro (ASTM F67) e a liga  $\text{TiAl}_6\text{V}_4$  (ASTM F136) composta pelas fases alfa-beta são os mais empregados em biomateriais. A presença de elementos intersticiais como oxigênio, ferro e nitrogênio devem ser cuidadosamente controlados para aplicação médica. A tabela 4 apresenta o teor desses elementos no titânio. O carbono, ao contrário do hidrogênio, nitrogênio e oxigênio, não é solúvel no titânio, tendendo a formar carbonetos.

Tabela 4: Composição química do titânio e suas ligas. Pereira<sup>15</sup>.

Elemento	Grau 1 (%)	Grau 2 (%)	Grau 3 (%)	Grau 4 (%)	$\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}^a$ (%)
Nitrogênio (N)	0,03	0,03	0,05	0,05	0,05
Carbono (C)	0,10	0,10	0,10	0,10	0,08
Hidrogênio (H)	0,015	0,015	0,015	0,015	0,0125
Ferro (Fe)	0,2	0,30	0,30	0,50	0,25
Oxigênio (O)	0,18	0,25	0,35	0,40	0,13
Titânio (Ti)	99,475	99,305	99,185	98,935	–

<sup>a</sup> Alumínio 6,00% (5,50 – 6,50), Vanádio 4,00% (3,50 – 4,50), e máximo de 1% de outros elementos ou total de 4%.

O titânio puro contém entre 98,9 - 99,6% de Ti em sua composição química, em temperatura ambiente apresenta fase alfa, de estrutura cristalina hexagonal compacta (HCP), que é estável termodinamicamente até a temperatura de  $882^\circ\text{C}$ . Acima desta temperatura a fase beta de estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) torna-se estável até a temperatura  $1820^\circ\text{C}$ , a temperatura de fusão do metal.

O potencial padrão do titânio é de  $-1,63\text{V}$ , valor próximo ao do alumínio. Portanto, o titânio não pode ser considerado como sendo intrinsecamente nobre. No entanto, a excelente resistência à corrosão do titânio na maioria dos ambientes é bem conhecida. Isto deve-se a superfície protetora formada por um filme estável, que

consiste basicamente de  $TiO_2$ . Esta fina camada passivante adere na superfície do metal. Sua resistência a corrosão é ótima em ambientes oxidantes, como por exemplo, em soluções salinas, inclusive em cloretos, hipocloritos, sulfatos e sulfitos, ou nítrico e soluções de ácido crômico. Por outro lado, o titânio não é resistente à corrosão sob condições redutoras, tais como ácidos sulfúrico, clorídrico e fosfórico, ocorrendo à dissolução do filme de óxido.

### **3.4 Produção do Biomodelo e processamento de imagens computacionais**

Biomodelo é um modelo real formado a partir de imagens tridimensionais. É definido como protótipo biomédico obtido a partir de imagens de tomografia computadorizada, ressonância magnética (TC e IRM, respectivamente) ou qualquer outra modalidade de geração de imagens do corpo humano. São utilizados com vários objetivos, como na produção de implantes protéticos personalizados, no diagnóstico precoce e tratamento de deformidades faciais e na comunicação entre médico e paciente. É também aplicado na mensuração de estruturas, a simulação de osteotomias, além de um mais completo planejamento dos mais diversos tipos de cirurgias, minimizando o tempo de cirurgia e uma melhor recuperação pós-operatória<sup>16</sup>.

Evoluções ocorridas na computação gráfica e nos processos de fabricação permitiram a personalização de implantes de acordo com o trauma. Podem ser confeccionados biomodelos e implantes a partir de dados dos pacientes gerados por tomografia computadorizada (CT) e imagens por ressonância magnética (IRM). Esses arquivos são editados e transformados em forma de dados volumétricos contínuos, que fornecem os dados de entrada para a geração de modelos 3D. Geralmente são empregados arquivos de extensão STL (*Standard Template Library* - forma simples e robusta de representar modelos tridimensionais através de triângulos irregulares, formando uma malha triangular), obtidos através de um software específico. Um exemplo é o software INVESALIUS, desenvolvido pelo Centro de Pesquisas Renato Archer (CenPRA). Após os dados são manipulados e executados pelo sistema CAD/CAM.

O sistema CAD (*Computer-aided design*) atua no auxílio à criação, modificação, análise ou otimização de um projeto a partir de sistemas computacionais que consistem em *hardwares* (computador, placas gráficas e equipamentos periféricos) e *softwares* (programas que permitem a manipulação de imagens tridimensionais).

O sistema CAM (*Computer-aided manufacturing*) representa a interface entre o computador e a máquina, ferramenta ou processo visando à automação, também conhecida como controle numérico computacional (CNC) e geralmente é específico para cada tipo de processo/máquina. Na seqüência, o sistema CAM processa a trajetória da ferramenta para cada uma das camadas bidimensionais e é gerado o arquivo para o comando numérico (CNC) da máquina. O arquivo numérico é então enviado para máquina e o objeto é fabricado. Após é realizado o pós-processamento, que geralmente envolve limpeza e acabamento da peça. As tecnologias CAD/CAM buscam criar subsídios para fabricação de produtos, considerando os materiais selecionados e as condições em que o produto será submetido<sup>3</sup>. A figura 2 exemplifica as etapas empregadas na obtenção de um biomodelo.

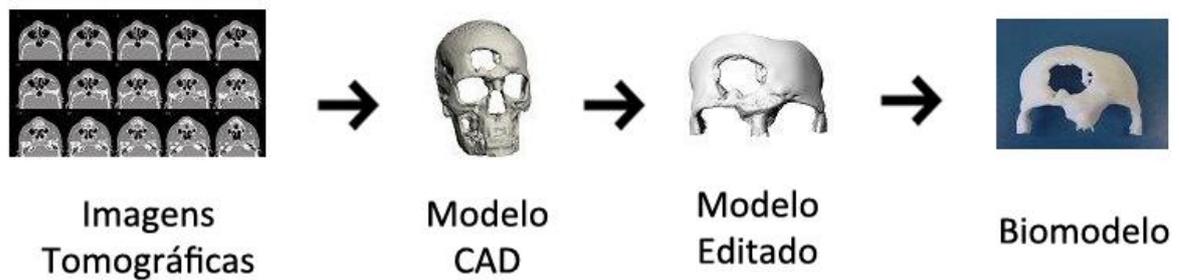


Figura 2: Etapas do processo de manufatura do biomodelo.

A confecção é realizada por equipamentos de prototipagem rápida (PR) ou usinagem. Pode-se chamar de Prototipagem Rápida todo processo de manufatura que proporcione a fabricação de objetos 3D, a partir de um modelo CAD, com o auxílio de um sistema CAM, em um curto espaço de tempo (incluindo o tempo de programação CAM), pode ser considerado um processo de prototipagem rápida. O fluxograma da figura 3 mostra o processo global de obtenção de implantes e biomodelos.

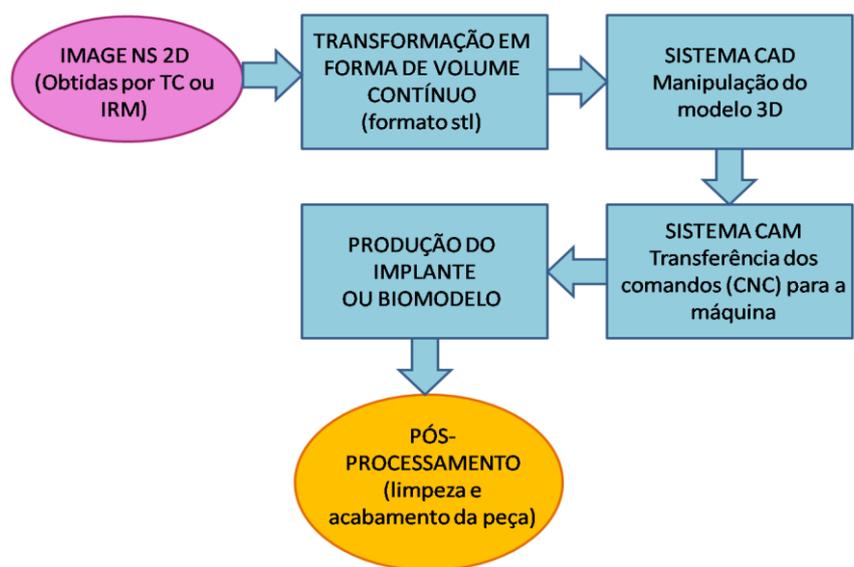


Figura 3: Fluxograma do processo de obtenção de peças.

De acordo com Volpato<sup>16</sup>, a RP diferencia-se dos principais processos de fabricação por adição (ex: colagem, soldagem, etc.) pela facilidade de sua automatização, não necessitando a utilização de moldes e ferramentas, minimizando assim a intervenção do operador durante o processo de prototipagem. Alguns autores, como Selhorst, consideram técnicas como a usinagem, por exemplo, um processo de Prototipagem Rápida Subtrativa (SRP - *Subtractive Rapid Prototyping*), porém essa denominação é polêmica. Essas técnicas também utilizam o sistema computacional para projetar o produto virtualmente e gerar os comandos para a máquina, mas diferenciam-se na forma de manufatura da peça, em que não há deposição do material em camadas como os processos de adição, e sim a retirada de material em camadas, este material encontra-se geralmente na forma de bloco, placa, tarugo, etc.

A PR tem um papel importante na recuperação de pacientes com deformidades complexas, geralmente localizadas na região craniofacial, pois permite o planejamento e simulação da cirurgia e uma melhor comunicação entre médicos e pacientes. A técnica tem outras vantagens como à obtenção de implantes e próteses com alta precisão dimensional.

## 4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 4.1 Obtenção do $\alpha$ – TCP

Inicialmente foi preparado o pirofosfato de cálcio ( $\gamma$ - $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) através da queima do DCPD ( $\text{CaHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) a temperatura de  $550^\circ\text{C}$  durante 5h. O pirofosfato de cálcio foi triturado com um almofariz de porcelana, e peneirado em uma peneira ABNT 20. Após é adicionado carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) ao pirofosfato e a mistura é homogeneizada à seco em um frasco de polipropileno contendo esferas de alumina com diâmetro de 10 mm, na proporção em massa de 1:2 entre carga e meio de moagem, durante o tempo de 20 minutos.

A mistura então é calcinada à temperatura de  $1300^\circ\text{C}$  durante 5h e resfriada bruscamente à temperatura ambiente, o material então é vertido em uma bandeja de aço inox, esta fica sobre outra bandeja com água, com a finalidade efetivar o tratamento térmico, facilitando a extração de calor do sistema. Esta etapa é crucial para a obtenção do  $\alpha$  – TCP, resfriamentos com baixas taxas Temperatura/tempo favorecem a transformação de fase  $\alpha \rightarrow \beta$ .

O  $\alpha$  – TCP é triturado com um almofariz de porcelana e passado em uma peneira ABNT 20 (abertura de  $850\mu\text{m}$ ). Após é feita a moagem a úmido utilizando álcool etílico ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ), em um frasco de polipropileno com capacidade volumétrica de 1L e bolas esféricas de alumina com diâmetro de 10 mm durante 2h. O TCP contendo álcool etílico é posto em uma estufa a  $60^\circ\text{C}$  durante 72h para evaporação do álcool, restando no final somente o cimento. O cimento é passado novamente em uma peneira ABNT 325 (abertura de  $45\mu\text{m}$ ).

A pega e o endurecimento posterior do cimento ocorrem quando é adicionada água ao TCP. Foi utilizada uma solução contendo 2,5% de hidrogenofosfato disódico ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) e 3% de defloculante Poliacrilato de Amônio, conhecido comercialmente por Disperlan L.A., em água deionizada. O hidrogenofosfato de cálcio acelera a reação de pega do cimento e o defloculante reduz a quantidade de água necessária para obtenção de consistência que permita a conformação do cimento, aumentando a resistência mecânica.

## 4.2 Caracterização do $\alpha$ - TCP

### *Análise das fases presentes*

Para identificação das fases cristalinas presente no cimento de fosfato de cálcio foi utilizada a técnica não destrutiva de Difração por Raio X (DRX). Foi utilizado um difratômetro da marca Siemens D500, com tubos com alvo de cobre ( $\lambda_{CuK\alpha} = 1,5418$  A). Os padrões de difração foram obtidos utilizando a geometria  $\theta/2\theta$  no intervalo de  $20-40^\circ$  ( $2\theta$ ), com um incremento de  $0,02^\circ$  em um tempo de 1 segundo/passos ( $1,2^\circ/\text{min}$ ).

A detecção das ligações covalentes presentes no cimento de fosfato de cálcio é obtida através da técnica de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FT-IR). Foi analisado o comprimento de onda no intervalo de  $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$  em um espectrômetro *Spectrum 1000*, a amostra foi preparada na forma de pastilhas de KBr.

### *Caracterização Morfológica*

As imagens do  $\alpha - \text{TCP}$  foram realizadas após a pega e endurecimento do mesmo. As imagens são realizadas com o propósito de visualizar a presença de HA, gerada na precipitação do cimento. Estas são obtidas com um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), Hitachi TM3000.

### *Análise Granulométrica*

A distribuição e tamanho médio de partícula foram determinados através da técnica de Difração a Laser. Foi usado o granulômetro CILAS 1180.

### *Porosidade aparente*

A porosidade aparente é calculada a partir da norma ASTM C 20 (*Standarts test methods for apparent specific gravity, and bulk density of burned refractory brick and shapes by boiling water*). Cinco amostras secas, imersas em água por 24h, e após úmidas são pesadas, baseado no princípio de Arquimedes. Para determinação da porosidade aparente foi utilizada à fórmula 1, segundo o princípio de Arquimedes:

$$P_{\text{ap}} (\%) = \frac{(M_u - M_s)}{(M_u - M_i)} \times 100 \quad \text{Equação 1}$$

Onde:  $P_{ap}$  = Porosidade aparente;

$M_u$  = Massa úmida (g);

$M_s$  = Massa seca (g);

$M_i$  = Massa imersa (g).

### *Porosidade*

A porosidade é calculada através do cálculo da geometria das amostras. As amostras foram pesadas e medidas. O valor da densidade  $\rho$  foi obtido pela divisão da massa pelo volume e porosidade foi calculada através da equação 2:

$$\text{Porosidade (\%)} = 1 - \frac{\rho}{\rho_0} \quad \text{Equação 2}$$

Onde:  $\rho_0 = 3,156 \text{ g.cm}^{-3}$ .

### *Propriedades Mecânicas*

Para determinar a resistência à compressão foram confeccionados 5 corpos de prova em um molde de aço inoxidável segundo a norma ASTM F 451-95 (*Standart specifications for acrylic cements*) na forma de cilindros de  $6 \pm 0,1$  mm de diâmetro por  $12 \pm 0,1$  mm de altura. O molde foi lubrificado com vaselina líquida para facilitar a desmoldagem. O ensaio de compressão foi realizado em uma máquina universal de ensaios ATS 1105C, com velocidade de travessa de 1 mm/min.

A tenacidade à fratura foi analisada seguindo-se as orientações da Norma ASTM E 1820-96 (*Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness*)<sup>17</sup>. Para a realização dos ensaios, utilizou-se máquina universal de ensaios ATS 1105C, com velocidade da travessa de 1mm/min em ensaio de flexão em quatro pontos, conforme representado na figura 4.

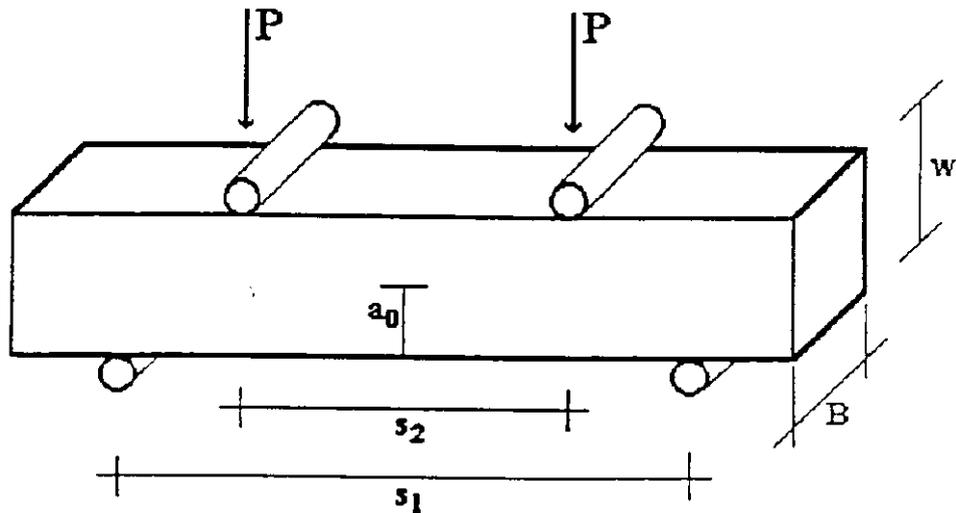


Figura 4: Representação do ensaio de flexão em quatro pontos.

Foram confeccionados 5 corpos de prova na forma de barras retangulares com dimensões de 5 mm de espessura, 10 mm de altura e 50 mm de comprimento. O entalhe nas amostras foi obtido pela introdução de lâmina de aço inoxidável (0,1 mm) lubrificada com graxa de silicone, durante a conformação dos corpos de prova. A tabela 5 apresenta as dimensões dos corpos de prova. Foram calculados os valores de tenacidade à fratura,  $K_{IC}$ , para a propagação frágil de trincas, de acordo com a expressão 3:

$$K_{IC} = \frac{P}{B \cdot w^{1/2}} \cdot Y(\alpha) \quad \text{Equação 3}$$

Onde:

$$Y(\alpha) = \left[ \frac{(S_1 - S_2)}{w} \right] \cdot \left[ 3 \alpha^{1/2} / (2(1 - \alpha)^{3/2}) \right] \cdot \left[ 1,99 - 1,33 \alpha (3,49 - 0,68 \alpha + 1,35 \alpha^2) \right] \cdot \left[ \alpha (1 - \alpha) / (1 + \alpha^2) \right],$$

W = altura da amostras,

S: distância entre apoios do ensaio,

$a_0$ : comprimento do entalhe,

$\alpha$ :  $a_0/W$ ,

P: carga,

B: espessura do corpo de prova.

Tabela 5: Dimensões dos corpos de prova utilizados no ensaio de tenacidade à fratura.

N° da amostra	L (mm)	B (mm)	W (mm)	a <sub>0</sub>
1	50,88	5,52	10,45	3,87
2	51,39	5,53	10,65	4,01
3	50,73	5,10	11,10	3,73
4	50,21	5,56	11,14	3,70
5	50,37	5,28	10,63	3,73

### 4.3 Modelagem dos implantes

Foram utilizados dois métodos para modelar os implantes:

#### 1. Modelagem manual:

Utilizou-se um biomodelo de gesso fabricado pela empresa *Bioparts*. A modelagem dos implantes foi realizada manualmente e foi utilizada resina epóxi para sua modelação. As imagens do biomodelo e dos implantes estão apresentados nas figuras 5 e 6, respetivamente.



Figura 5: Biomodelo da região facial do paciente.

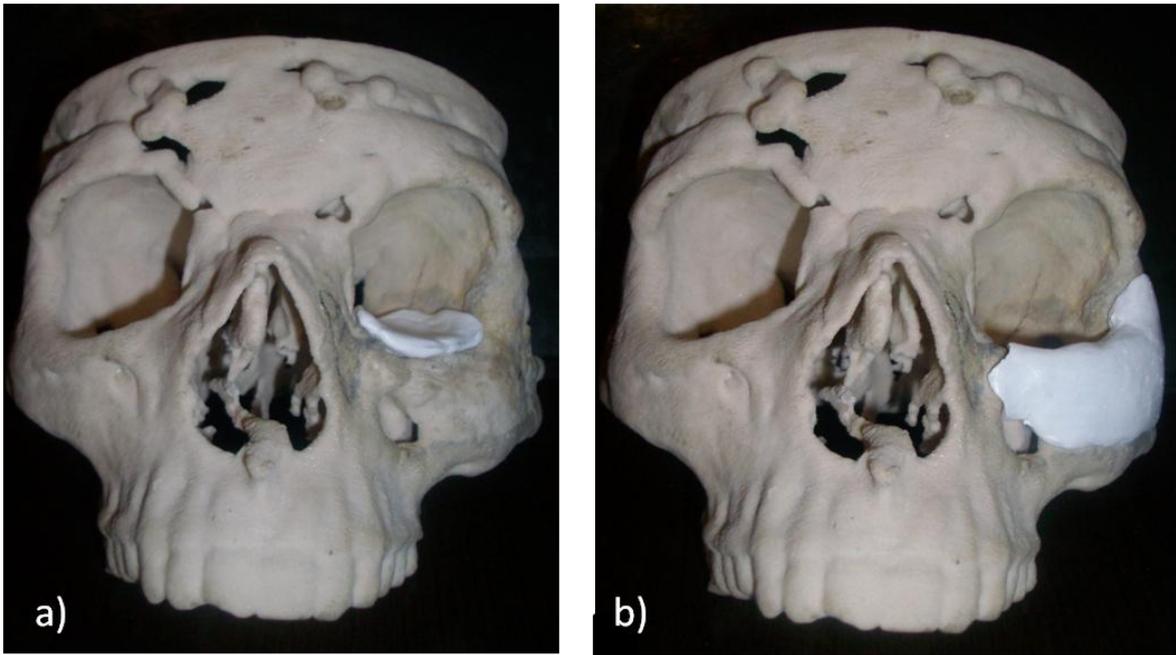


Figura 6: Implantes modelados manualmente a) assoalho de órbita e b) osso zigomático.

Os implantes foram digitalizados para análise comparativa com os implantes modelados virtualmente. Foi utilizado um Scanner digital 3D Optimet EC – 100.

## 2. Modelagem computacional:

As imagens tomográficas 2D foram obtidas por tomografia computadorizada e transformada em um sólido 3D no formato STL através do programa *Invesalius 3 beta*<sup>18</sup>, como demonstrado na figura 7.

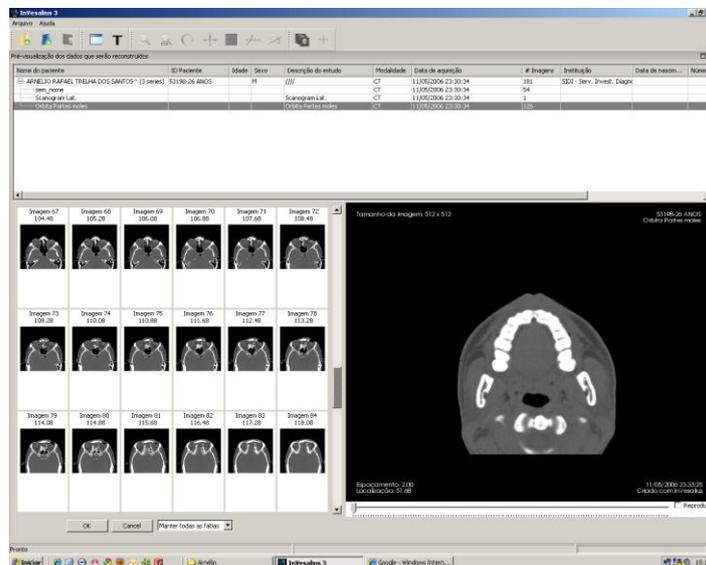


Figura 7: Imagem 2D do software *Invesálius*.

A manipulação do sólido tridimensional foi realizada com o software *Geomagic Studio 12*. Utilizou-se ferramentas como espelhamento, remoção de contornos, preenchimento de vazios, entre outras para a confecção do implante virtual. As figuras 8 e 9 mostram algumas etapas do processo de manipulação.

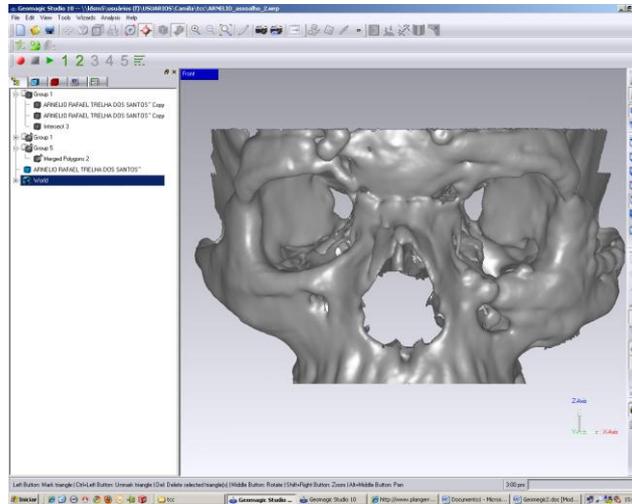
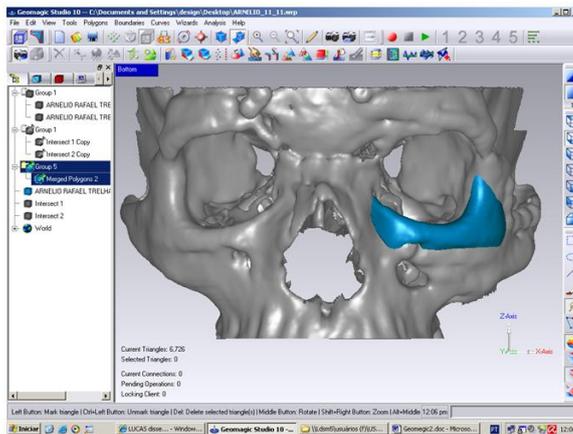
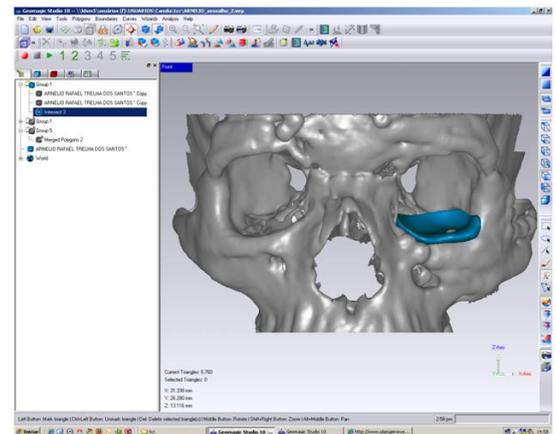


Figura 8: Sólido 3D no formato *stl* importado no programa *Geomagic Studio*.



a)



b)

Figura 9: Implantes produzidos via manipulação de superfícies, a) osso zigomático e b) assoalho de órbita.

#### 4.4 Manufatura dos implantes

Foi fabricado um implante pelo procedimento de modelagem manual. Uma porção de resina epóxi foi conformada manualmente seguindo o contorno do defeito e anatomia do biomodelo, gerando assim um protótipo implante. A partir deste protótipo, um molde de silicone é produzido com o objetivo de reproduzir a região do

defeito e possibilitar a fabricação do implante no tamanho e convexidade adequada, conforme mostra a figura 10. Uma tela de titânio é cortada de acordo com a geometria do defeito e manualmente conformada, seguindo a anatomia do paciente, materializada no biomodelo fabricado. Após é adicionado o cimento  $\alpha$  – TCP e mantido em repouso para ocorrer a pega e consolidação do cimento. O projeto do implante também deve prever a região onde este será fixado com parafusos. A figura 11 apresenta o implante obtido.



Figura 10: Implante conformado em molde de silicone.



Figura 11: Implante de  $\alpha$  – TCP reforçado com titânio.

## 5. RESULTADOS

### 5.1 Caracterização do $\alpha$ – TCP:

O  $\alpha$  – TCP fabricado pelo procedimento de queima a 1300°C e resfriado bruscamente contém fase  $\beta$  como impureza do processo, conforme mostra a difração de raio X da figura 12.

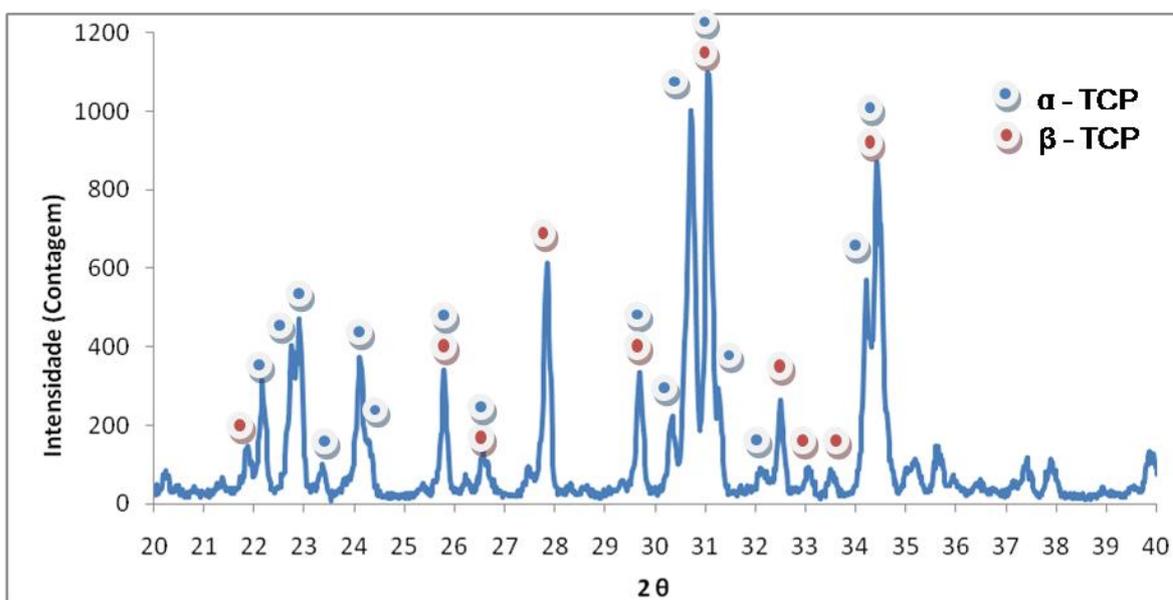


Figura 12: Difração de raio X do cimento de fosfato de cálcio contendo  $\alpha$  e  $\beta$  – TCP.

Alguns picos contendo ambas as fases sobrepõem-se, porém pelas intensidades e quantidades de picos pode-se dizer que a fase  $\beta$  está em fase minoritária no  $\alpha$ - TCP. A presença indesejada da fase  $\beta$  é difícil de ser evitada, pois a transformação de fase  $\alpha \rightarrow \beta$  ocorre a altas temperaturas e a eficiência do tratamento térmico influencia diretamente na efetividade da obtenção de  $\alpha$  – TCP puro. A presença de impurezas, mesmo que em p.p.m., na matéria prima pode estabilizar a fase  $\beta$ , sendo necessário estudar alternativas para contornar este efeito. Carradeguas<sup>14</sup> propõe aumentar a temperatura de sinterização do cimento entre 1500-1600°C para obter somente a fase  $\alpha$ .

A figura 13 apresenta a espectroscopia no infravermelho do cimento  $\alpha$  – TCP. Podemos observar as bandas largas dos picos, que demonstra a baixa cristalinidade do cimento. Os picos contidos nos comprimentos de onda 549, 600 e 1030  $\text{cm}^{-1}$  são referentes à ligação P – O u grupos  $\text{PO}_4$ , em 1626  $\text{cm}^{-1}$  referente a  $\text{H}_2\text{O}$  adsorvida, 2838

e 2900  $\text{cm}^{-1}$  de grupos  $\text{HPO}_4$ , 3623  $\text{cm}^{-1}$  referente à ligação O – H de grupos OH e o pico no intervalo de 3280 – 3700  $\text{cm}^{-1}$  referente à  $\text{H}_2\text{O}$  adsorvida.

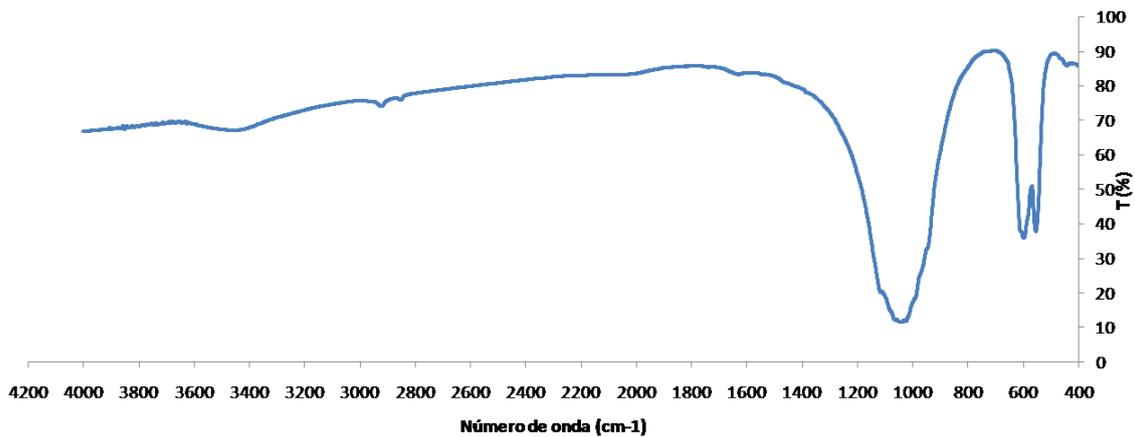


Figura 13: Espectroscopia no infravermelho do  $\alpha$  – TCP.

Após a moagem à úmido do cimento durante 2h e peneiramento foi realizada análise granulométrica, apresentado na figura 14. O gráfico apresentou comportamento bimodal, que deve ocorrer, provavelmente devido a não homogeneidade na moagem. O tamanho médio de partículas foi de 9,12  $\mu\text{m}$ , diâmetro médio de 10, 50 e 90% em volume de partículas são de 1,22, 8,45 e 17,93  $\mu\text{m}$ , respectivamente, conforme descrito por Santos e Machado<sup>1,6</sup>.

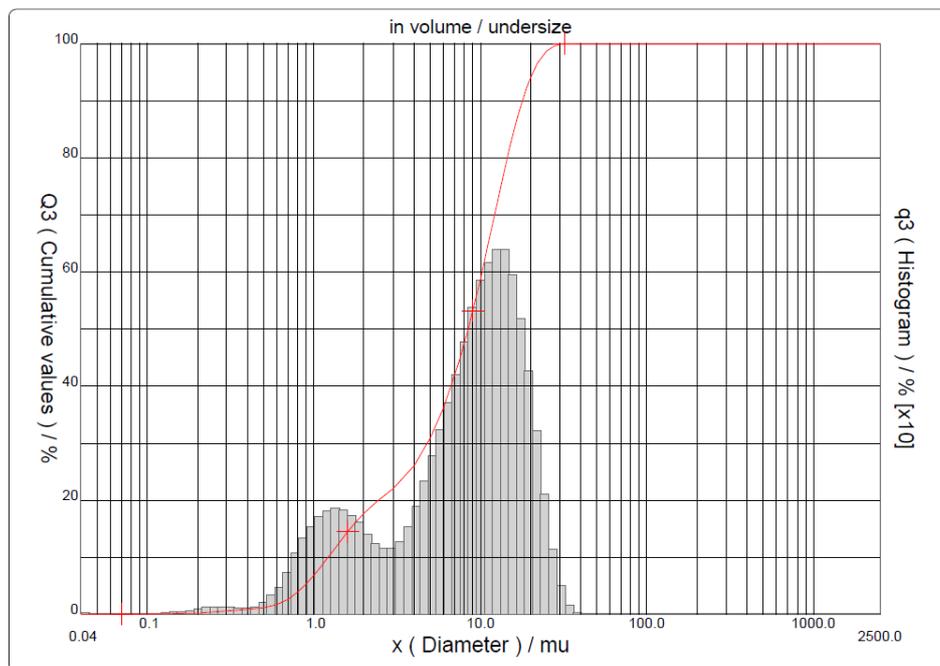


Figura 14: Histograma da distribuição de tamanho de partícula do cimento após 2h de moagem à úmido.

O tamanho de partícula tem influência na quantidade de líquido utilizado para a pega do cimento, e este teor de líquido pode alterar a resistência mecânica do cimento<sup>1, 6</sup>. A cinética da reação química e consolidação do cimento também são influenciados pelo tamanho de partícula.

Foram calculadas a porosidade e a porosidade aparente, conforme mostra a tabela 6. Com os valores da porosidade aparente é possível ter uma idéia de quantos vazios há no corpo de prova. A porosidade aberta atua como canal para condução tecidual, permitindo o crescimento de tecido no interior dos poros, porém muitos poros tendem a diminuir a resistência mecânica do cimento.

Tabela 6: Porosidade real e porosidade aparente do  $\alpha$  – TCP

<b>Amostra</b>	<b>Porosidade Aparente (Pap %)</b>	<b>Porosidade (P %)</b>
1	41,22	49,43
2	40,81	49,29
3	40,91	47,39
4	40,95	48,81
5	41,61	50,44
<b>MÉDIA</b>	<b>41,10</b>	<b>49,07</b>

A resistência mecânica à compressão e tenacidade à fratura foram calculadas. Nas figuras 15a e 15b estão as imagens dos ensaios de compressão e flexão de 4 pontos para determinação da tenacidade à fratura. Os valores obtidos estão contidos nas tabelas 7 e 8.

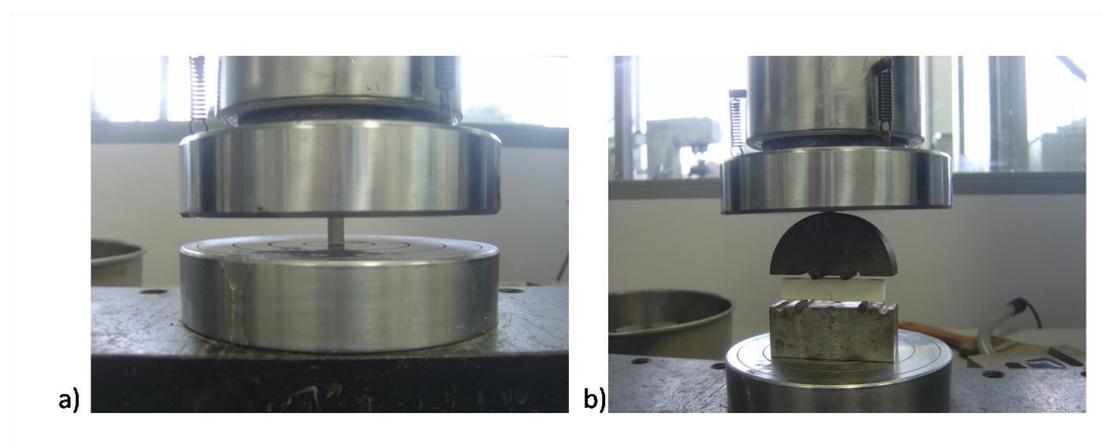


Figura 15: a) Ensaio de compressão e b) flexão de 4 pontos para determinação da tenacidade à fratura.

Tabela 7: Resistência à compressão do  $\alpha$  – TCP.

Amostra	Raio (mm)	Area (mm <sup>2</sup> )	Carga (Kg)	F (N)	$\sigma$ (MPa/m)
1	2,98	27,90	62,18	609,36	21,84
2	2,98	27,90	54,58	534,88	19,17
3	2,99	28,08	53,99	529,10	18,84
4	2,98	27,90	48,56	475,89	17,06
5	3	28,27	49,16	481,77	17,04
<b>MÉDIA</b>					<b>18,79</b>

Tabela 8: Tenacidade à fratura obtida através do ensaio de flexão em 4 pontos.

Amostra	B (mm)	W (mm)	a (mm)	Carga (Kg)	$\alpha$	Y( $\alpha$ )	KIC (MPa/m)
1	5,52	10,45	3,87	0,91	0,370	1,304	1,18
2	5,53	10,65	4,01	1,51	0,376	2,280	3,44
3	5,1	11,1	3,73	0,85	0,336	1,065	0,90
4	5,56	11,14	3,7	1,12	0,332	1,376	1,54
5	5,28	10,63	3,73	1,48	0,351	1,937	2,87
<b>MÉDIA</b>							<b>1,99</b>

Os valores de resistência à compressão e tenacidade à fratura são relativamente baixos, comparado com valores descritos por Barreiro<sup>19</sup>, de 30,36 MPa, em que a síntese do  $\alpha$  – TCP foi obtida por combustão. Isto deve-se, em parte pela alta porosidade do cimento. A quantidade de fase líquida, o processo de preparo das amostras e a presença de fase  $\beta$  no  $\alpha$  – TCP, mesmo não sendo fase majoritária, contribuem na obtenção da baixa resistência. A adição de defloculante na fase líquida (solução contendo 2,5% de Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>) auxilia na melhora da resistência mecânica do cimento<sup>1, 6</sup>, porém parece não amenizar os fatores relatados acima.

#### *Análise Morfológica:*

Através das imagens obtidas por MEV, conforme mostram a figuras 16a, 16b, e 14c, com magnificações de 3000, 5000 e 8000X , respectivamente, pode-se observar a presença de hidroxiapatita, no formato de agulhas e está sobre a superfície das partículas das fases  $\alpha$  e  $\beta$ . Esta morfologia é consistente com a observada na literatura<sup>1,9,20</sup>.

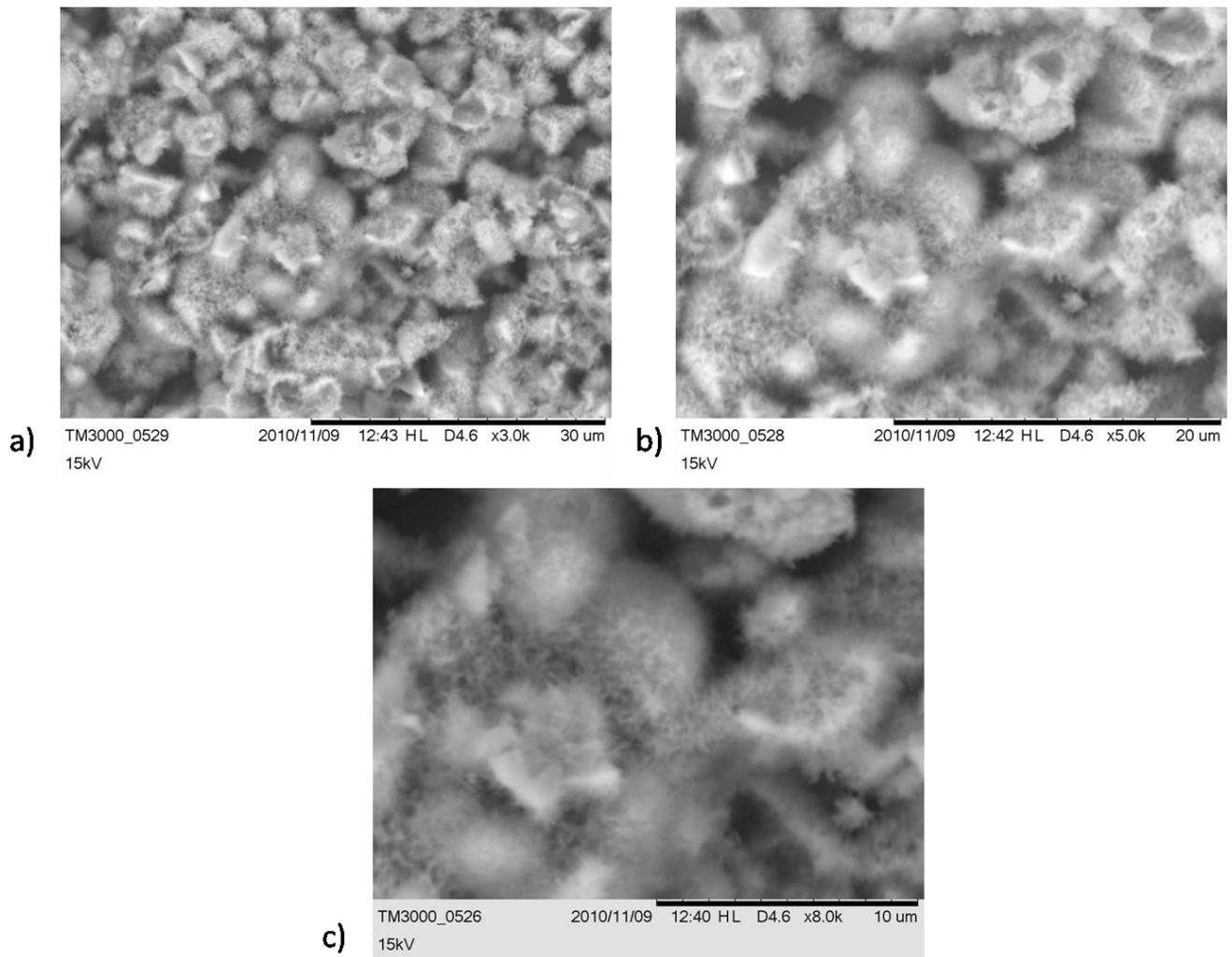


Figura 16: Região de fratura do  $\alpha$  – TCP, a) 3000X, b) 5000X e c) 8000X.

## 5.2 Modelagem dos implantes

Os implantes fabricados pelo procedimento manual foram digitalizados visando facilitar a comparação entre estes e os modelados virtualmente, conforme mostra a figura 17. As figuras 18 e 19 mostram os implantes da região do zigoma e assoalho de órbita, respectivamente, obtidos pelos métodos de modelagem virtual (16a e 17a) e manual (16b e 17b).



Figura 17: Digiataização do implante zigomático.

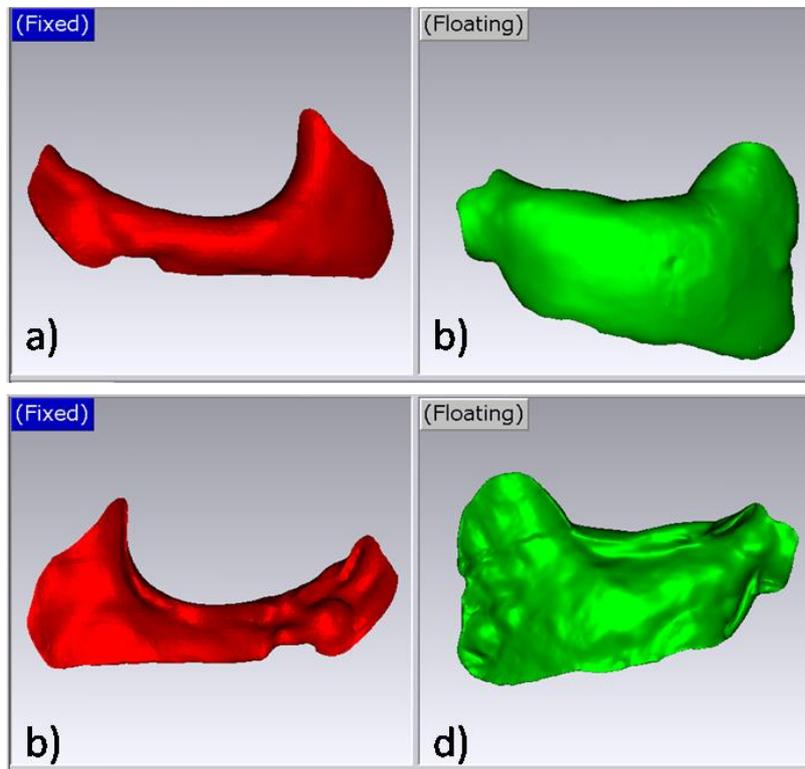


Figura 18: Implantes do osso zigomático produzidos por a) modelagem virtual e b) modelagem manual.

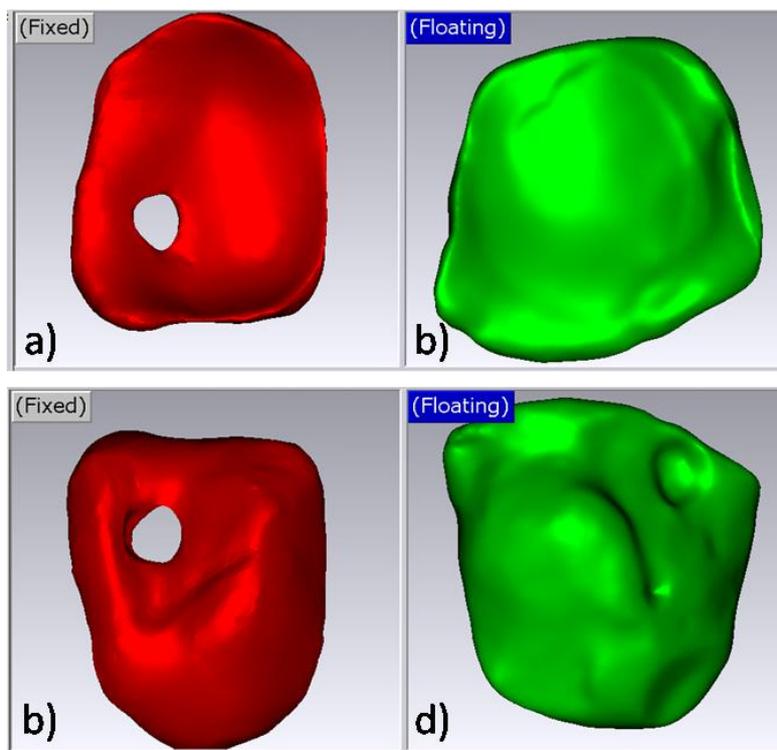


Figura 19: Implantes de assoalho de órbita produzidos por a) modelagem virtual e b) modelagem manual.

Ambos os procedimentos de modelagem podem ser reproduzidos com êxito, porém há diferenças significativas na qualidade dos produtos acabados. Nos dois casos é obrigatória a obtenção das imagens produzidas por TC ou IRM. O biomodelo não foi utilizado na reconstrução via modelagem computacional, porém o seu uso apresenta vantagens durante a cirurgia para colocação do implante, como guia para corte e posicionamento ósseo, planejamento do ato cirúrgico e auxilia em um melhor entendimento do paciente sobre o procedimento cirúrgico<sup>3</sup>.

No processo manual os custos são bem inferiores, sendo os custos maiores os procedimentos de TC e obtenção do biomodelo. A precisão da falha neste caso é alterada pelo processo de prototipagem e material do biomodelo. Além disto, a técnica depende de mão de obra qualificada, apesar de ser manual, devido à complexidade dos materiais utilizados no processo de obtenção posterior à modelagem. As discrepâncias dimensionais são elevadas e pode-se obter implantes com volumes muito diferentes dos volumes das fraturas.

A modelagem computadorizada apresentou implantes com volumes bem inferiores ao da modelagem manual, sua precisão é muito boa comparada ao outro

método porém envolve altos custos devido o uso de *software* caros, mão-de-obra especializada, a modelagem leva mais tempo do que a anterior e a necessidade de transformar este modelo em um modelo real, que envolve processos CAM de prototipagem rápida e usinagem.

## 6. CONCLUSÕES

- A obtenção do  $\alpha$  – TCP através de tratamento térmico gera  $\beta$  – TCP como impureza. Para minimizar ou extinguir a sua presença é preciso estudar o efeito de temperaturas mais elevadas de queima e a obtenção de precursores com elevada pureza.
- A resistência mecânica do  $\alpha$  – TCP foi adequada quando existe a presença de defloculante na fase líquida, porém a fase  $\beta$  presente parece afetar fortemente a propriedade mecânica.
- Houve formação de hidroxiapatita durante a reação de presa do cimento, como efeito da solubilização da fase  $\alpha$  – TCP.
- A modelagem é viável pelos dois métodos de modelagem avaliados. A modelagem virtual garante precisão dimensional, porém possui custos consideravelmente elevados. A modelagem manual é um procedimento muito simples e com custos melhores, mas a precisão é comprometida e a mão-de-obra, apesar de ser menos qualificada do que o método anterior, tem que ser especializada.

## SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Estudar diferentes técnicas de prototipagem rápida como manufatura do implante, analisar as diferenças dimensionais, custos e tempo dos processos. Variar parâmetros do experimental de obtenção do  $\alpha$  – TCP, como temperatura de sinterização e síntese dos precursores, a fim de obter  $\alpha$  – TCP com elevada pureza.

## REFERÊNCIAS

- [1] SANTOS, L. A. **Desenvolvimento de Cimento de Fosfato de Cálcio Reforçado por Fibras para Uso na Área Médico-Odontológica.** Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. Comissão de pós-graduação em Engenharia Mecânica.
- [2] HIN, T. S. **Biomaterials Engineering and Processing Series.** World Scientific Publishing USA.
- [3] BERTOL, L. S. **Contribuição ao Estudo da Prototipagem Rápida, Digitalização Tridimensional e Seleção de Materiais no Design de Implantes Personalizados.** Dissertação Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.
- [4] WONG, Y. J.; BRONZINO J. D. **Biomaterials.** CRC Press, USA, 2007
- [5] **História dos Biomateriais.** Disponível em: [http://www.biomateriais.com.br/telas/artigos/artigos.asp?id\\_artigo=56&id\\_assunto=1](http://www.biomateriais.com.br/telas/artigos/artigos.asp?id_artigo=56&id_assunto=1)  
Acesso em 16 de setembro de 2010.
- [6] MACHADO, J. L.M. **Desenvolvimento de Cimento Ósseo de Fosfato de Cálcio como Suporte para o Crescimento de Tecido.** Dissertação para obtenção do título de Mestre em Engenharia. Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais (PPGEM – UFRGS), Porto Alegre, 2007.
- [7] HENCH, L. L.; WILSON J. **An Introduction to Bioceramics.** Singapore: World Scientific Publish Co. Ptde. Ltd., 1999.
- [8] PEREIRA, M. M.; VASCONCELOS, W. L.; ZAVAGLIA, C. A. C. **Materiais Cerâmicos – Ciência e aplicação como biomateriais.** Cap 3 Biomateriais: Fundamentos e Aplicações. Editora Cultura Médica, Rio de Janeiro, RJ – Novembro de 2005.
- [9] LEGEROS R; CHOYAYEB A; SHULMAN A. **Apatitic Calcium Phosphates: possible dental restorative materials.** J Dent Res 61:343, 1982.

- [10] BROWN WE; CHOW LC. **A New Calcium Phosphate Setting Cement**. J Dent Res 62, 672, 1983.
- [11] LEMAITRE, J.; MIRTCHI, A.; MORTIER, A. **Calcium Phosphate Cement for Medical Use: state of the art and perspectives of development**. Sil. Ind. Ceram. Sci. Technol., v. 52, p. 141-146, 1987.
- [12] DRIESSENS, F. C. M.; FERNÁNDEZ, E.; GINEBRA, M. P.; BOLTONG, M. G.; PLANELL, J. A. **Calcium Phosphates and Ceramic Bone Cements vs. Acrylic Cements**. Anal. Quim. Int. Ed., v. 93, p. S38 - S43, 1997.
- [13] WELCH, J. H.; GUTT, W. **J. Chem. Soc.**, p. 874, 4442, 1961. In: ROTH, R. R.; NEGAS, T.; COOK, L. P. **Phase Diagrams for Ceramists**, v. 5, p. 96, 1981.
- [14] CARRADEGUAS, R. G.; AZA, A. H.; TURRILLAS, X.; PENA, P.; AZA, S. **New Approach to the b-a Polymorphic Transformation in Magnesium-Substituted Tricalcium Phosphate and its Practical Implications**. J. Am. Ceram. Soc., v. 91 p. 1281–1286, 2008.
- [15] PEREIRA, M. M.; BUONO V. T. L.; ZAVAGLIA, C. A. C. **Materiais Metálicos – Ciência e aplicação como biomateriais**. Cap 2 Biomateriais: Fundamentos e Aplicações. Editora Cultura Médica, Rio de Janeiro, RJ – Novembro de 2005
- [16] VOLPATO, N. **Prototipagem Rápida: Tecnologias e aplicações**. Editora Blücher. São Paulo, 2007.
- [17] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness**. ASTM E 1820, 1996.
- [18] **INVESALIUS**. Disponível em: [http://www.softwarepublico.gov.br/dotlrn/clubs/invesalius/one-community?page\\_num=0](http://www.softwarepublico.gov.br/dotlrn/clubs/invesalius/one-community?page_num=0). Acesso em 02 de novembro de 2010.
- [19] BARREIRO, O.; VOLKMER, T.; CALDAS, V.; SANTOS L. A. **Avaliação "In Vitro" de Cimento de Fosfato de Cálcio Obtido Via Reação de Combustão**. 6° COLAOB (The 6th Latin American Congress of Artificial Organs and Biomaterials)

[20] DURUCAN, C.; BROWN, P. W.  **$\alpha$ -Tricalcium Phosphate Hydrolysis to Hydroxyapatite at and Near Physiological Temperature.** J. Materials Science: Materials in medicine, v. 11, pg. 365 – 371, 2000.

## ANEXO I

Produção científica obtida durante a realização deste trabalho.