

CARACTERIZAÇÃO DA NANOHIĐROXIAPATITA, GRAU DE IMPLANTE, PELA TÉCNICA DE DSC PARA USO NA SAÚDE

Pedro Abreu Marino ¹

pedro.marino@fatec.sp.gov.br

Fatec Ribeirão Preto

Natália Marcomini Perez

natalia.perez@fatec.sp.gov.br

Fatec Ribeirão Preto

Alessandro Fraga Farah

alessandro.farah@fatec.sp.gov.br

Fatec Ribeirão Preto

1. INTRODUÇÃO

A nanohidroxiapatita (nHAp) é um material muito utilizado na área biomédica, principalmente em aplicações ortopédicas e dentárias devido à sua similaridade química e estrutural com a fase mineral do osso humano [1]. No entanto, para garantir a eficácia e segurança desses materiais, é essencial compreender suas propriedades térmicas, o que pode ser obtido através da técnica de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) [2]. Os estudos sobre o uso de materiais cerâmicos como biomateriais remontam à década de 30, onde se utilizou fosfato tricálcico cerâmico para promover a regeneração de defeitos ósseos e a formação de novo tecido ósseo. No entanto, foi apenas 50 anos depois que diferentes tipos de cerâmicas de fosfato de cálcio começaram a ser amplamente explorados como materiais implantáveis em aplicações médicas e odontológicas [3]. Dentre as cerâmicas com melhor desempenho destacam-se os biovidros, a alumina, o β -fosfato tricálcico (β -TCP) e a hidroxiapatita (nHAp) [3]. O interesse pela nHAp como biomaterial está relacionado à sua predominância como a fase mineral principal do tecido ósseo e sua elevada biocompatibilidade [4]. A nHAp, o principal componente mineral presente nos ossos e dentes, representa de 30 a 70% da sua massa. A versão sintética da hidroxiapatita é

amplamente utilizada em implantes e próteses devido à sua biocompatibilidade e capacidade de osteointegração [3]. Além dessas propriedades, a hidroxiapatita destacase como um suporte eficaz para a liberação prolongada de drogas anticancerígenas no tratamento de tumores ósseos [2,3,4].

2. METODOLOGIA

Para a realização do estudo, foram utilizados Nanohidroxiapatita (nHAp) de grau de implante, equipamento de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e atmosfera de nitrogênio.

Ele foi conduzido utilizando a técnica de DSC para caracterizar a nHAp em um intervalo de temperatura de 100°C a 700°C. A amostra foi preparada em condições controladas e submetida a aquecimentos e resfriamentos programados. Os dados obtidos foram analisados para determinar as transições térmicas, a estabilidade térmica e o comportamento da nHAp em diferentes temperaturas.

Nanohidroxiapatita (nHAp) de grau de implante foi utilizada como amostra de interesse. A amostra foi preparada nanoparticularizada, garantindo homogeneidade para análise. Foi utilizado um calorímetro exploratório diferencial (DSC) de alta sensibilidade, calibrado adequadamente

antes do início das medições. A calibração foi feita utilizando padrões de alta pureza (Índio).

As amostras foram submetidas a um ciclo térmico que variou de -100°C a 700°C de temperatura, com uma taxa de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Esta faixa de temperatura foi selecionada para cobrir todas as possíveis transições de fase e reações térmicas da nHAp.

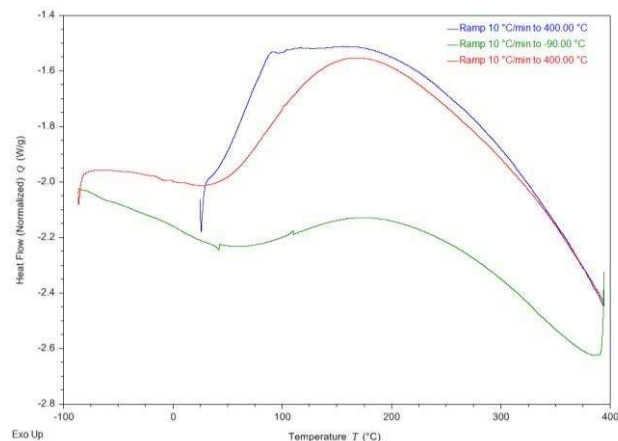
As curvas de DSC foram analisadas para determinar as temperaturas de transição (picos endotérmicos e exotérmicos), energia envolvida nas transições, e estabilidade térmica da nHAp, e o teste repetido mais de três vezes para garantir a repetibilidade dos resultados, que fornecem informações cruciais sobre a viabilidade da nHAp como biomaterial em diferentes condições térmicas.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Primeiro foi feito o ensaio de DSC entre -90 e 400°C , em panela de Alumínio. A Figura 1 representa o comportamento térmico da nanohidroxiapatita (nHAp) analisado via Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). A curva mostra três etapas distintas:

- Resfriamento até -90°C ;
- Primeiro aquecimento até 400°C ;
- Segundo aquecimento até 400°C .

Figura 1 – Curva DSC de nHAp até 400°C .



Fonte: Autores, 2025.

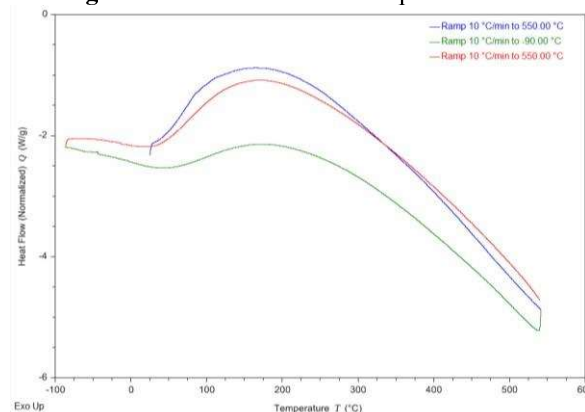
O objetivo foi investigar eventos térmicos associados à perda de massa (como água ou resíduos), transições físicas ou reorganizações estruturais, mantendo o limite de temperatura em 400°C para observar as primeiras transformações.

A análise das curvas demonstrou que nanohidroxiapatita analisada apresenta boa estabilidade térmica até 400°C , com ausência de degradação estrutural significativa.

As principais transformações térmicas observadas estão relacionadas à perda de água adsorvida e ligada (~ 100 – 150°C) e à remoção de possíveis resíduos de síntese entre 200 – 400°C , sem que isso afete a integridade do material. O fato de a curva vermelha ser mais estável reforça que o material foi parcialmente “condicionado” no primeiro aquecimento. Essa estabilidade é desejável para aplicações biomédicas, especialmente quando há exposição a variações térmicas moderadas (ex: esterilizações térmicas).

Após análise das curvas entre -90 e 400°C , aumentou-se a temperatura final para 550°C . A Figura 2 mostra as curvas obtidas no ensaio de DSC entre -90 a 550°C .

Figura 2 – Curva DSC de nHAp até 550°C .

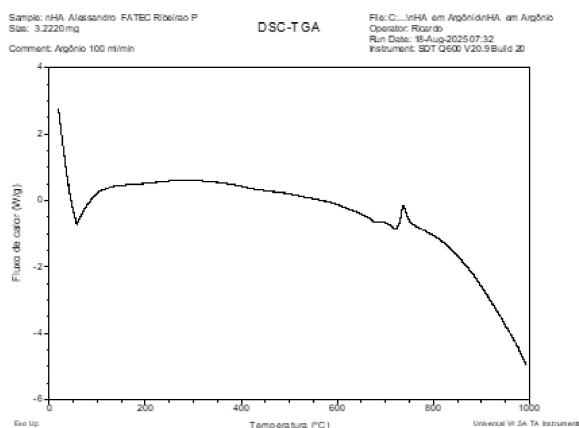


Fonte: Autores, 2025.

A análise demonstrou que a nHAp apresenta estabilidade térmica até 550°C , com eventos principais de dessorção de água e reorganização estrutural inicial. Não há evidência de decomposição ou transição brusca, o que confirma a adequação da nHAp para aplicações biomédicas em que a preservação estrutural é essencial.

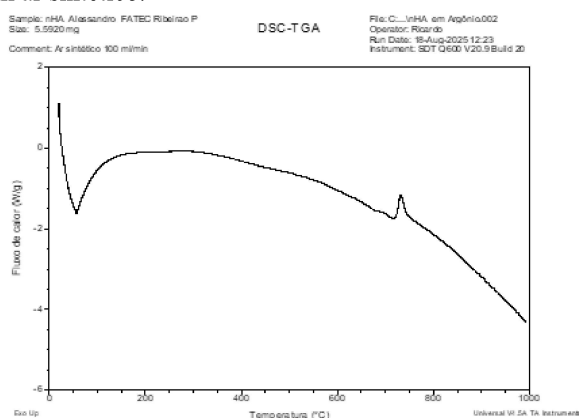
Após as execuções dos ensaios até 550°C , foram efetuados ensaios até 1.000°C . Além dos ensaios de DSC, foram realizadas análises de TGA. Os ensaios feitos em DSC e TGA alcançando até 1000°C , estão nos gráficos das figuras 3, 4, 5 e 6.

Figura 3 – Curva de DSC de nHAp até 1000°C , em atmosfera de Argônio.



Fonte: Autores, 2025.

Figura 4 – Curva de DSC de nHAp até 1000°C, em ar sintético.



Fonte: Autores, 2025.

Os resultados evidenciaram que a atmosfera influencia fortemente apenas os processos intermediários (oxidação e desidroxilação), enquanto a estabilidade estrutural da nHAp em altas temperaturas se mantém, com tendência a maior cristalinidade após 800°C.

4. CONCLUSÕES

Os resultados concluíram que a nHAp mantém sua estrutura preservada diante das variações térmicas, o que possibilita a sua esterilização, caso necessária, e permite que seja utilizada em aplicações biomédicas que exijam essa estabilidade. Em temperaturas

maiores, verifica-se que há perturbação das curvas em torno de 700-800°C, identificada como uma reorganização estrutural da nHAp, aumento de cristalinidade e/ou formação inicial de fases secundárias.

Esse trabalho apresentou informações que serão de grande importância em estudos futuros com a nHAp.

REFERÊNCIAS

- [1] Ribeiro, C., et al. **Síntese e Caracterização da Hidroxiapatita**. Revista de Engenharia de Materiais, vol. 2, no. 1, 2022, pp. 35-45.
- [2] Costa, A. C. F. M. et al. **Hidroxiapatita: Obtenção, caracterização e aplicações**. Rev. Elet. de Materiais e Processos / ISSN 1809-8797 / v.4.3 (2009) 29-38.
- [3] Santos, F. L., et al. **Calorimetria Exploratória Diferencial na Caracterização de Materiais**. Revista de Análise Térmica, vol. 7, no. 4, 2022, pp. 95-105.
- [4] Gonçalves, M., et al. **Técnicas de Caracterização de Materiais**. Revista de Ciência dos Materiais, vol. 10, no. 3, 2021, pp. 215-220.

AGRADECIMENTOS

À Fatec Ribeirão Preto pela estrutura e equipamentos.

Ao Prof. Dr. Alessandro Farah pela orientação.

À auxiliar docente MSc. Natália Marcomini Perez, pelo apoio.

Ao Prof. Dr. Alessandro Hakme, pela coorientação. Ao professor Ricardo Alexandre Galdino, da UNIFESP, por sua ajuda nas medições realizadas. Ao CNPq pelo auxílio concedido.

¹Aluno de IC com bolsa CNPq PIBIT.