

Influência do beneficiamento de pós cerâmicos na síntese de cimento ósseo de brushita/SrO/quitosana

Influence of post-ceramic processing on the synthesis of brushite/SrO/chitosan bone cement

Influencia del procesamiento poscerámico en la síntesis de cemento óseo de brushita/SrO/Quitosano

Recebido: 06/05/2022 | Revisado: 17/05/2022 | Aceito: 25/05/2022 | Publicado: 30/05/2022

Matheus Araújo Santos

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9655-8978>
Universidade Federal de Campina Grande, Brasil
E-mail: matheus1_araujo_santos@hotmail.com

Geovanna Vitória da Silva Gonçalves

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9240-0946>
Universidade Federal de Campina Grande, Brasil
E-mail: geovannaviit@hotmail.com

Eunice Paloma Nascimento Lima

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9125-0018>
Universidade Federal de Campina Grande, Brasil
E-mail: eunice.lima@certbio.ufcg.edu.br

Márcio José Batista Cardoso

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8756-1377>
Universidade Federal da Paraíba, Brasil
E-mail: marcio.cardoso@certbio.ufcg.edu.br

Wladymyr Jefferson Bacalhau de Sousa

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3931-8265>
Universidade Federal de Campina Grande, Brasil
E-mail: wladymyrjb@gmail.com

João Emídio da Silva Neto

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5290-2741>
Universidade Federal de Campina Grande, Brasil
E-mail: joao.emidio@certbio.ufcg.edu.br

Klaidson Antônio Sousa Farias

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9337-6386>
Universidade Federal de Campina Grande, Brasil
E-mail: kfariascg@hotmail.com
E-mail: geovannaviit@hotmail.com

Marcus Vinicius Lia Fook

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8566-920X>
Universidade Federal de Campina Grande, Brasil
E-mail: marcus.liafook@certbio.ufcg.edu.br

Resumo

O avanço científico e tecnológico para desenvolvimento de cimentos ósseos, vem sofrendo modificações, de modo a obter propriedades que se adéquem para aplicações específicas. A incorporação de outros materiais tais como quitosana, colágeno, óxidos, polietilenoglicol, entre outros, que substituam ou até mesmo incorporem características não presentes, são bem exploradas, entretanto, a influência do beneficiamento dos pós cerâmicos, vem sendo pouco estudadas. Neste sentido, o presente trabalho obteve o cimento ósseo de brushita/SrO/quitosana através do método de dissolução/precipitação, utilizando uma mistura de pó wollastonita/estrôncio aplicado os métodos de remoção de umidade por estufa e dessecador. As amostras foram caracterizadas através da análise do tempo de cura e de pega, resistência a compressão, difração de raios X (DRX) e microscopia ótica (MO). Os resultados mostraram que o método de remoção de umidade, promove variação de fases formadas nos cimentos, conforme observado no DRX, gerando uma melhora na resistência compressiva. A temperatura e tempo dos cimentos apresentaram redução durante sua cura para as amostras MPC. A análise microscópica mostrou que o método de remoção da umidade, promoveu uma maior porosidade na estrutura interna do cimento, o que pode proporcionar uma melhora em sua compatibilidade a região óssea aplicada.

Palavras-chave: Cimento ósseo; Brushita; Estrôncio; Quitosana; Beneficiamento; Ensino em materiais.

Abstract

Scientific and technological advances in the development of bone cements have been undergoing changes in order to obtain properties that are suitable for specific applications. The incorporation of other materials such as chitosan,

collagen, oxides, polyethylene glycol, among others, which replace or even incorporate characteristics not present, are well explored, however, the influence of the processing of ceramic powders has been little studied. In this sense, the present work obtained the brushite/SrO/chitosan bone cement through the dissolution/precipitation method, using a mixture of wollastonite/strontium powder applied the methods of removing moisture by oven and desiccator. The samples were characterized through the analysis of curing and setting time, compressive strength, X-ray diffraction (XRD) and optical microscopy (OM). The results showed that the moisture removal method promotes variation of phases formed in the cements, as observed in the XRD, generating an improvement in the compressive strength. The temperature and time of the cements showed a reduction during their curing for the MPC samples. The microscopic analysis showed that the moisture removal method promoted greater porosity in the internal structure of the cement, which can provide an improvement in its compatibility with the applied bone region.

Keywords: Bone cement; Brushite; Strontium; Chitosan; Processing; Materials teaching.

Resumen

Los avances científicos y tecnológicos en el desarrollo de cementos óseos han ido cambiando con el fin de obtener propiedades adecuadas para aplicaciones específicas. La incorporación de otros materiales como quitosano, colágeno, óxidos, polietilenglicol, entre otros, que reemplacen o incluso incorporen características no presentes, está bien explorada, sin embargo, la influencia del procesamiento de los polvos cerámicos ha sido poco estudiada. En este sentido, el presente trabajo obtuvo el cemento óseo de brushita/SrO/quitosano a través del método de disolución/precipitación, utilizando una mezcla de polvo de wollastonita/estroncio aplicado los métodos de remoción de humedad por horno y desecador. Las muestras se caracterizaron mediante análisis de tiempo de curado y fraguado, resistencia a la compresión, difracción de rayos X (XRD) y microscopía óptica (OM). Los resultados mostraron que el método de remoción de humedad promueve la variación de fases formadas en los cementos, como se observa en la DRX, generando una mejora en la resistencia a la compresión. La temperatura y el tiempo de los cementos mostraron una reducción durante su curado para las muestras de MPC. El análisis microscópico mostró que el método de eliminación de humedad promovió una mayor porosidad en la estructura interna del cemento, lo que puede proporcionar una mejora en su compatibilidad con la región ósea aplicada.

Palabras clave: Cemento óseo; Brushita; Estroncio; Quitosano; Procesando; Enseñanza en materiales.

1. Introdução

O osso de forma sucinta desempenha três funções no organismo, designadamente: mecânica, protetora e metabólica. Tendo capacidade de renovação, de cerca de 10% durante o ano, remodelação constante, à exceção de eventos adversos como trauma, contaminações, anormalidades de desenvolvimento, resseções oncológicas e perda fisiológica de massa óssea podem ocasionar falhas ósseas duradouras, as quais, eventualmente, perdem a capacidade de se regenerar (Fada et al., 2021). Gerando assim a utilização de matérias compatíveis com o corpo que promovam, portanto, a sua regeneração.

O desenvolvimento de novos materiais ou adequação dos já existentes, dentro deste contexto, é dirigido por produtos que possam não só aumentar e/ou manter a qualidade de vida, mas que também reduzam os custos do atendimento médico. Dentro deste conceito os cimentos de fosfatos de cálcio (CPCs) são uma opção de material para utilização na modalidade de reparação óssea. Destacando suas propriedades de biocompatibilidade, osteocondutividade, reabsorção e capacidade de substituição óssea, sua utilização se demonstra uma alternativa viável para mitigar problemas ósseos (Silva et al., 2019). A formulação desse cimento é constituída através da combinação de um pó (compostos de silicatos e cálcio) e um líquido (soluções aquosas), obtendo assim uma pasta moldável a qualquer geometria que possa ser aplicada diretamente no local (Morúa et al., 2021).

Dentre os CPCs, encontrasse o cimento de brushita. Esse tipo cimento apresenta algumas características interessantes, como um maior controle da sua composição química, propriedades físicas e químicas aprimoradas, além de um baixo custo e preparo rápido. Entretanto, seu tempo rápido de presa e baixa resistência mecânica, limitam a sua aplicação (Silva et al., 2019).

Em busca de respostas superiores que se adéquem a aplicações específicas do cimento ósseo de brushita, a incorporação de agentes na composição do cimento, vem se tornando cada vez mais constante, sempre buscando melhores propriedades mecânicas, maior tempo de presa, uma melhor viscosidade para injeção ou adicionando novas propriedades, como o caráter radiopaco (Hurle et al., 2021). Entretanto, além da incorporação de novos agentes é possível modificar as suas características conforme o tratamento que seus reagentes previamente recebem (Hofmann et al., 2009), diminuindo os custos

associados aos novos componentes, mas visando melhorias de propriedades.

A quitosana é empregada no processo de obtenção de cimento ósseo para promover uma melhor trabalhabilidade e injetabilidade durante o processo de manipulação e inserção, como visto, em literatura (Farvardin et al., 2021; Lee et al., 2019; Ly et al., 2020). Por sua vez, o óxido de estrôncio visa incrementar o caráter radiopaco, aos cimentos do grupo CPCs, para ter uma diferenciação análises radiográficas, após a sua aplicação e recuperação (Dai et al., 2021; Lode et al., 2018).

O beneficiamento de matérias-primas cerâmicas, é algo bem difundido em literatura, como, por exemplo, o controle na granulometria do pó no processo de secagem, tendo em vista que existe a presença de uma umidade natural nesses materiais (Martins, 2021). Sendo a umidade um fator de potencial influência, pode promover a formação de fases cristalinas indesejáveis pelo não controle correto da água contida na amostra.

Tendo em vista, o processo de obtenção do cimento ósseo de brushita bem consolidado, o objetivo deste trabalho é investigar a influência do beneficiamento pelo método de remoção de umidade dos pós cerâmicos utilizados na síntese do cimento ósseo de brushita com quitosana e óxido de estrôncio, em relação ao tempo de pega e cura, resistência a compressão, estrutura cristalina formada e morfologia.

2. Metodologia

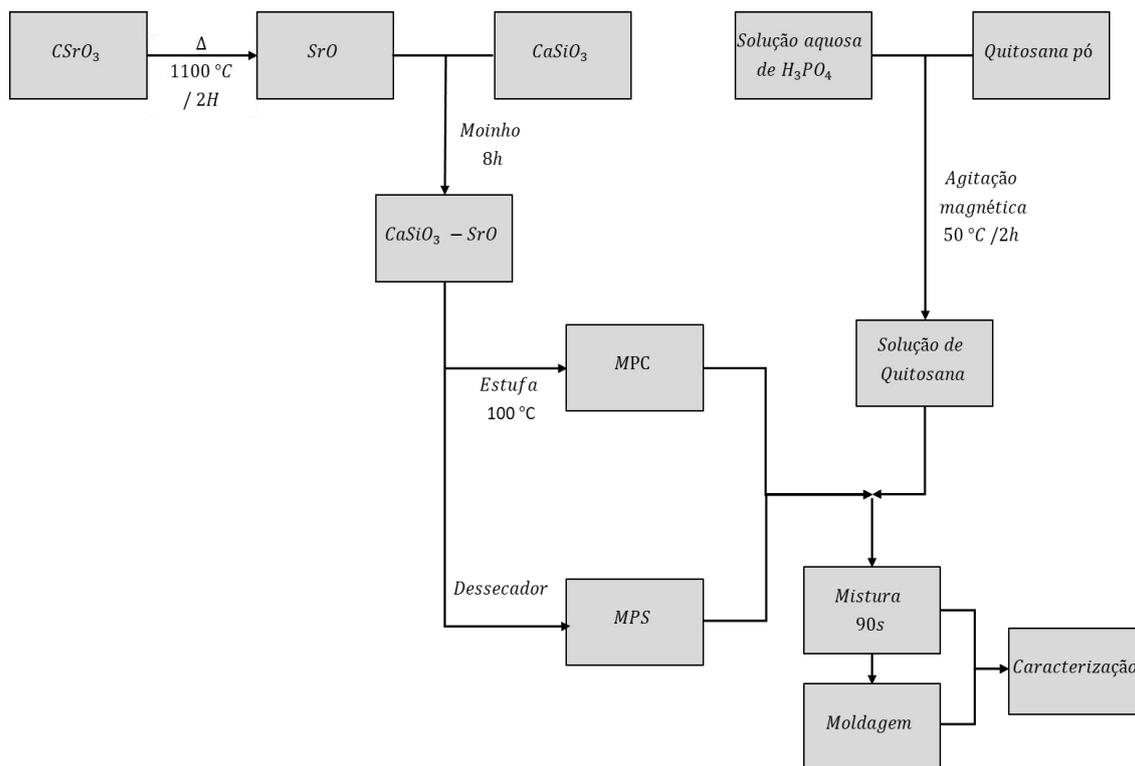
A pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais do Nordeste – CERTBIO, localizado na Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais – UAEMA da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG.

Foram utilizados os seguintes materiais e reagentes: carbonato de estrôncio (SrCO_3), wollastonita (CaSiO_3 , VANSIL W-40, Vanderbilt Minerals, LLC), quitosana grau médico – CERTBIO (média massa molecular, grau de desacetilação de 85%) em água ultrapura (Master System GEHAKA, modelo MS2000) com ácido orto-fosfórico (H_3PO_4) 85% - P.A. NEON.

Para obtenção do cimento ósseo de brushita/SrO/quitosana por reação de dissolução/precipitação do pó ($\text{CaSiO}_3/\text{SrO}$) beneficiado por dois métodos de remoção de umidade com o líquido (solução de quitosana), foi realizado as etapas: obtenção do óxido de estrôncio (SrO), beneficiamento dos pós cerâmicos, preparação da solução de quitosana e mistura pó de wollastonita/SrO com a solução de quitosana, baseado em cálculos estequiométricos, definidos para obtenção do cimento conforme visto em literatura (Morúa et al., 2017, 2021).

O fluxograma ilustrado na Figura 1, mostra as etapas do processo, inicialmente foi obtido o SrO por sinterização a 1100 °C por 2 horas com taxa de aquecimento de 10 °C/mim do SrCO_3 , após resfriamento foi adicionado na concentração de 12,5% p/p em CaSiO_3 , para mistura física em moinho de bolas, por 8 horas em temperatura ambiente ± 25 °C. A mistura de pó ($\text{CaSiO}_3/\text{SrO}$) foi dividida em dois grupos conforme o método de remoção de umidade por dessecador e estufa a 100 °C, nomeadas de MPS e MPC respectivamente. Em paralelo foi preparada uma solução com concentração de 2,75% m/V de quitosana de média massa molecular, grau de desacetilação de 85% em ácido orto-fosfórico com concentração de 85% P.A V/V de água ultrapura. Por fim, o cimento ósseo foi obtido pela mistura e homogeneização do pó MPS e MPC com a solução de quitosana, na razão de 1:1,5 em gramas respectivamente por um tempo de 90 segundos.

Figura 1: Fluxograma de preparação das amostras de cimento ósseo.



Fonte: Elaboração dos autores (2022).

Análise de temperatura de cura e tempo de pega foram realizadas, logo após a mistura e homogeneização do cimento ósseo, paralelamente, o molde de silicone também foi preenchido para a obtenção dos corpos de prova, com base a norma ABNT NBR ISO 5833 (Anexo E). Após a cura de 7 dias, os materiais foram encaminhados para as demais caracterizações.

Após o processo de manipulação de 90 segundos, as amostras passaram por um processo de acompanhamento térmico e análise de seu tempo de cura. Foi utilizado o termopar da marca OMEGA, modelo HH802W, captando os dados de temperatura a cada segundo do comportamento térmico das amostras de cimento. Para determinação do tempo de pega do cimento ósseo, foram realizados ensaio partido da agulha de vicat, que identifica a mudança reologia do cimento, possível a identificação do tempo de início e fim de pega, parâmetros fundamentais para a aplicação.

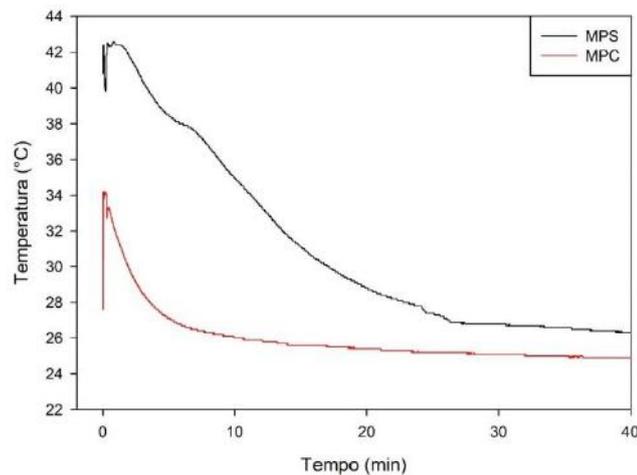
Corpos de provas cilíndricos dos cimentos ósseos, conforme a norma ABNT NBR ISO 5833, foram analisados para determinar a resistência a compressão e o módulo elástico. O ensaio foi realizado na máquina universal INSTRON, modelo - 3366, com célula de carga de 10 kN e velocidade constante de 1 mm/min, onde serão analisados grupos de 5 amostras, após 7 dias de cura.

A identificação das amostras por difração de raios X foi efetuada em um difratômetro Shimadzu XRD-7000, em que foram empregados setup experimentais de tensão de 40kV, corrente de 30mA e faixa de observação compreendida entre $5^\circ \leq 2\theta \leq 70^\circ$ com passo de $0,02^\circ$, velocidade de varredura de $1^\circ/\text{min}$ e metal alvo de $\text{CuK}\alpha$ que fornece raios X com $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. Os resultados de DRX foram tratados com a metodologia de refinamento de Rietveld, utilizando o software gratuito GSAS II, para quantificação das fases cristalinas formadas e parâmetros cristalográficos, utilizando a ficha de dados estruturais do Inorganic Crystal Structure Database (ICSD) e os parâmetros instrumentais previamente calculados usando um padrão NIST 660a LaB6. Para a visualização das estruturas interna e formação de poros, foi utilizado um microscópio óptico (MO) da marca HIROX, modelo - KH-1300, canhão de luz Mx 10C e lente objetiva Mx(G) OL-350 II, com magnificação de 20X.

3. Resultados e Discussão

Na Figura 2, são observadas as curvas de resfriamento dos cimentos ósseos MPS e MPC após 1,5 minutos de manipulação até 40 minutos. Onde se constata que em ambas as amostras ocorrem um aquecimento proveniente da reação entre o líquido e o pó cerâmico no início do processo, decaindo gradativamente até atingir a temperatura ambiente entre 25 e 28 °C. Para a amostra MPS a temperatura inicial máxima de 42,5 °C, enquanto na MPC é de 34,2 °C e estabilizando próxima à temperatura ambiente num tempo entre 25 – 28 minutos para amostra MPS e de 17 – 20 minutos para amostras MPC.

Figura 2: Curva de resfriamento do cimento ósseo.



Fonte: Elaboração dos autores (2022).

Na Tabela 1 observam-se os resultados do tempo de pega para as amostras MPS e MPC, utilizando a metodologia da agulha de vicat. Conforme os resultados, foi possível avaliar que o tempo de cura do cimento ósseo foi reduzido, saindo de 25 minutos para 19 minutos, por conta do método de remoção da umidade aplicado. Essa redução do tempo pode estar correlacionada com a maior eficácia de remoção de água do pó, propiciando uma melhor interação entre a solução de quitosana e o pó cerâmico acelerando o processo e reduzindo a temperatura da reação.

Tabela 1: Tempo de pega do cimento ósseo.

Amostra	Tempo (Min)
MPS	25
MPC	19

Fonte: Elaboração dos autores (2022).

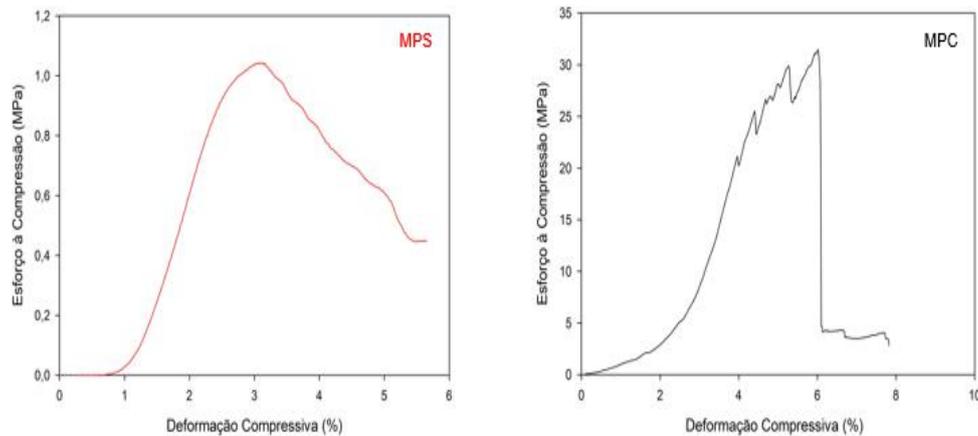
Os resultados do tempo de pega (Tabela 1) vêm ao encontro do obtido na análise de temperatura (Figura 2), visto que, a amostra MPS obteve uma estabilização em sua temperatura na faixa dos 25 – 28 minutos, bem como, a cimento do tipo MPC obteve na faixa dos 17 – 20 minutos, evidenciando o quanto o processo de secagem influenciou positivamente na estabilização térmica do cimento ósseo, para uma menor temperatura reacional e menor tempo de cura.

Estudos em modelos animais in vivo, mostraram que uma exposição por mais de 30 minutos a temperaturas superiores a 45 °C geravam lesões completas nos nervos sensoriais (Anselmetti et al., 2009). Estudos realizados para cimentos comerciais poliméricos indicaram temperaturas elevadas para o pico da reação do cimento, acima da faixa de 100 °C, em

tempos de que chegaram a no máximo a 8 minutos (Belkoff & Molloy, 2003).

Na Figura 3, foi observado o gráfico de esforço a compressão (MPa) em relação a deformação compressiva (%) das amostras MPS e MPC moldadas após 7 dias de cura. Os resultados indicam uma diferença significativa na resistência máxima a compressão e na deformação compressiva das amostras. Para uma deformação de 4% em ambas as amostras a resistência a compressão da amostra MPC é cerca de 25 vezes maior que a MPS. A valor de maior resistência foi de 30 MPa para a amostra MPC e de 1 MPa para a MPS.

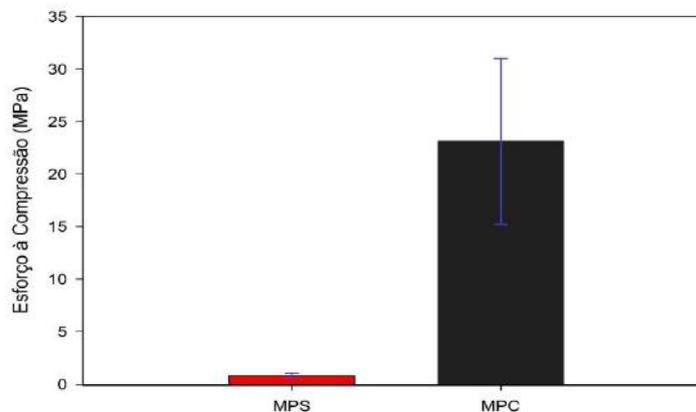
Figura 3: Gráfico de esforço a compressão dos cimentos ósseo.



Fonte: Elaboração dos autores (2022).

Na Figura 4, é ilustrado o gráfico em coluna das médias e desvios padrão dos esforços a compressão das respectivas amostras úmida e seca dos grupos de cimentos abordados. A maior resistência a compressão da amostra MPC pode ser correlacionado com a maior concentração da fase brushita triclinica presente, observada no DRX e corroborando com Morua et al 2017.

Figura 4: Gráfico das médias e desvios das amostras de cimento ósseo.



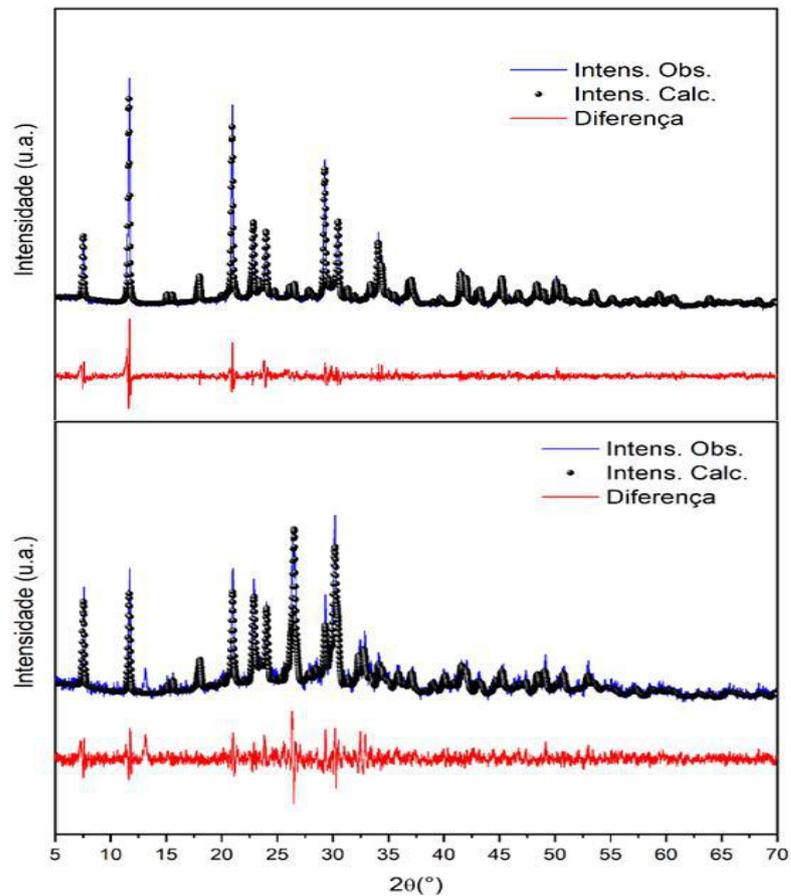
Fonte: Elaboração dos autores (2022).

Os difratogramas de raios x das amostras MPS e MPC obtidas pelo método de dissolução/precipitação são apresentados na Figura 5, onde foi observado as seguintes informações do refinamento Rietveld, expondo o ajuste entre o

difratogramas observado no DRX (linha azul), padrão calculado pelo refinamento (pontos pretos) e a diferença entre os dois (linha vermelha).

Conforme os difratogramas da Figura 5, foi verificado picos característicos de brushita em 12°, 21°, 32°, 34° e picos característicos ao Óxido de Estrôncio em 28.6°, 46,9°, 27,1°, 38.6°, 39° aproximadamente, os resultados corroboram com outros autores que realizaram pesquisas com cimentos ósseos (Colorado et al., 2018; Colorado et al., 2015; Morúa et al., 2017; Tamimi et al., 2008).

Figura 5: Difratogramas de raios x das amostras MPS e MPC.



Fonte: Elaboração dos autores (2022).

Conforme os difratogramas, as fases cristalinas observadas nas amostras, foram as seguintes: MPS – brushita: ICSD-01-075-1521; COD-96-900-7310, Óxido de Estrôncio COD 96-900-8728 e MPC - ICSD-01-075-1521; COD-96-900-7310, Óxido de Estrôncio COD 96-900-8728 que está conforme à Norma ABNT NBR ISO 5833. Os corpos de prova ficaram por 7 dias para sua cura em um ambiente a temperatura de 25 ± 5 °C e umidade relativa de 80 ± 10 % aproximadamente, onde foi possível observar que a amostra MPC após o tratamento térmico em 100 °C na estufa, apresentou uma alteração no seu perfil cristalino.

A análise quantitativa pelo refinamento de Rietveld dos dados de difração de pó podem obter informações válidas sobre a característica estrutural de fase dos pós resultantes como pode ser observado em (Li; Chang, 2004; Sanosh et al., 2009; Sarkar & Kannan, 2014).

Os valores dos parâmetros cristalográficos obtidos através do refinamento de Rietveld estão apresentados na Tabela 2,

onde verificamos que as amostras obtidas possuem duas fases cristalinas da brushita e Óxido de Estrôncio, com seus respectivos sistemas cristalinos, grupo espacial, parâmetros de rede e quantidade de fases presentes.

Tabela 2. Tempo de pega do cimento ósseo.

Fase	Brushita		Oxido Deutério de Estrôncio
Fórmula Químicas	CaHPO ₄ (H ₂ O) ₂		Sr (OD) ₂
Estrutura cristalina	Monoclínica	Triclínica	Ortorrômbica
Grupo espacial	I2/a	P-1	Pnma
	Parâmetros de rede		
A	6,3765	5,640	9,8269
B	15,2180	11,900	3,9051
C	5,8150	6,480	6,0733
	Quantificação de Fases %		
MPS	66,0	33,0	1,0
MPC	42,0	55,0	3,0

Fonte: Elaboração dos autores (2022).

O grau de cristalização das amostras MPS e MPC foram determinados utilizando o software do equipamento de difração de raios X, modelo XRD-7000 da Shimadzu, os resultados estão apresentados na Tabela 3. Foi observado que a amostra MPC possui menor cristalinidade quando comparada a MPS, esta relação pode ser relacionada com concentrações de fase cristalinas formadas, ou seja, na amostra MPS em que se tem uma maior estabilização de uma fase em maior concentração, ocorrendo uma melhor organização, promovendo um aumento, enquanto, na MPC se tem a formação de 3 fases cristalinas, que favorece uma desorganização, reduzindo a cristalinidade.

Tabela 3: Grau de cristalização das amostras MPS e MPC.

Amostra	Grau de cristalinidade %
MPS	86,20
MPC	76,91

Fonte: Elaboração dos autores (2022).

Na Figura 6, são observadas as imagens de microscopia ótica com magnificação de 20X de fragmentos dos corpos de provas cilíndricos dos cimentos ósseos das amostras MPS e MPC, onde se visualiza a morfologia interna formada. Foi possível observar que o método de remoção de umidade, estufa na amostra MPC e dessecador na MPS, influencia diretamente na formação estrutural. A amostra MPC se observa a formação de poros dispersos e com diferentes tamanhos, enquanto na MPS há uma formação mais densa, esta relação, corrobora com os resultados da cristalinidade e das fases formadas observada por DRX.

Figura 6: Imagens das amostras de cimento ósseo MPS e MPC.



Fonte: Elaboração dos autores (2022).

Uma maior quantidade de poros, aproxima a característica desse tipo de cimento, ao osso do tipo trabecular, visto que esse é esponjoso e menos denso, além de suas similaridades químicas, quando é tratada da composição.

Na literatura é reportado que a porosidade influencia de forma inversa com a resistência da classe desses cimentos, entretanto, essa característica induz uma melhor osteoindutividade para os cimentos, favorecendo assim uma melhor formação de osso novo para a região, para a substituição do cimento aplicado (Vezenkova & Locs, 2022).

O aumento da porosidade junto ao aumento da resistência a compressão pode ser justificado pela proporção de fases cristalinas formadas distintas entre as amostras. Estudos relacionaram a formação de poros com as duas fases de brushita, visto que a estrutura da brushita com a estrutura monoclinica ser mais densa, pela exclusão da água em sua estrutura gera menos poros (Şahin & Çiftçioğlu, 2021).

O beneficiamento pode ser visto de várias formas, quando estamos tratando com cimentos ósseos. A incorporação de aditivos, como o estrôncio, gera pequenas melhorias em questão de propriedades, a exemplo da resistência mecânica. Estudos com a incorporação de nitrato de estrôncio em cimentos de fosfatos de cálcio proporcionaram uma melhoria de 15% na resistência a compressão (Fada, et al., 2021).

A granulometria também é um fator que gera resposta nas propriedades do cimento, influenciando no tamanho dos grãos, modificando a hidratação do cimento, que gera fases cristalinas diferentes e, portanto, promovem resistências mecânicas diferentes (Sun & Guo, 2022).

Quando tratamos da aplicação do cimento ósseo de brushita, não existem valores determinados a quanto se deve suportar de resistência, para sua aplicação. Entretanto, por sua aplicação ser voltada a região trabecular do osso, são tomados valores de referência a essa região, que variam de 10 – 30 MPa (Morúa et al., 2021). Sendo assim visto a importância do beneficiamento de secagem dos pós do cimento ósseo. Pois, esse processo proporcionou uma otimização da resistência compressiva do cimento, elevando seus padrões de aplicação aos desejados para o osso trabecular.

Avaliação não convencional (meio aquoso) do tempo de presa para cimentos também já foram investigas. As propriedades mecânicas do cimento cerâmico apresentaram uma faixa maior resistência em faixas que variavam de 25 – 56 °C (Kashimbetova et al., 2022). Valores esses que veem de encontro aos do presente estudo, visto que, após o beneficiamento, uma pequena redução da temperatura de cura e tempo de presa foram obtidos, resultando em melhores propriedades mecânicas para o cimento.

4. Conclusão

Conclui-se que na obtenção de cimento ósseo de brushita/SrO/quitosana o método de remoção de umidade utilizado no beneficiamento dos pós cerâmicos, é responsável por alterações das propriedades do cimento. A análise de DRX mostrou

que o tratamento aplicado no início, promove uma modificação das concentrações de fases cristalinas formadas, bem como uma mudança da cristalinidade. A resistência a compressão sofreu uma considerável melhora, saltando para valores aproximadamente 25 vezes maior, provavelmente devido a maior concentração da fase wollastonita presente. O tempo e temperatura de cura, sofreram redução, destacando-se a temperatura que apresenta valores que não gerariam danos ao tecido em volta de sua região de aplicação. A maior porosidade obtida pela amostra com beneficiamento se tornou benéfico, tendo vista que, ela favorece uma maior formação de tecido novo, e sua maior presença não comprometeu a resistência do cimento. Para trabalhos futuros, estudos com a variações das composições além de avaliações biológicas das amostras.

Referências

- Anselmetti, G. C., Manca, A., Kanika, K., Murphy, K., Eminefendic, H., Masala, S., & Regge, D. (2009). Temperature measurement during polymerization of bone cement in percutaneous vertebroplasty: an in vivo study in humans. *Cardiovascular and Interventional Radiology*, *32*(3), 491–498.
- Belkoff, S. M., & Molloy, S. (2003). Temperature measurement during polymerization of polymethylmethacrylate cement used for vertebroplasty. *Spine*, *28*(14), 1555–1559.
- Colorado, H. A., Hiel, C. C., Hahn, T., & Yang, J. (2018). *13 Wollastonite-Based Chemically Bonded Phosphate Ceramic Composites*.
- Colorado, H. A., Wang, Z., & Yang, J.-M. (2015). Inorganic phosphate cement fabricated with wollastonite, barium titanate, and phosphoric acid. *Cement and Concrete Composites*, *62*, 13–21. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.04.014>
- Dai, J., Fu, Y., Chen, D., & Sun, Z. (2021). A novel and injectable strontium-containing hydroxyapatite bone cement for bone substitution: A systematic evaluation. *Materials Science and Engineering: C*, *124*, 112052. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.msec.2021.112052>
- Fada, R., Shahgholi, M., & Karimian, M. (2021). Improving the mechanical properties of strontium nitrate doped dicalcium phosphate cement nanoparticles for bone repair application. *Ceramics International*, *47*(10, Part A), 14151–14159. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.02.002>
- Farvardin, A., Bakhtiarinejad, M., Murphy, R. J., Basafa, E., Khanuja, H., Oni, J. K., & Armand, M. (2021). A biomechanically-guided planning and execution paradigm for osteoporotic hip augmentation: Experimental evaluation of the biomechanics and temperature-rise. *Clinical Biomechanics*, *87*, 105392. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.clinbiomech.2021.105392>
- Hofmann, M. P., Mohammed, A. R., Perrie, Y., Gbureck, U., & Barralet, J. E. (2009). High-strength resorbable brushite bone cement with controlled drug-releasing capabilities. *Acta Biomaterialia*, *5*(1), 43–49. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.actbio.2008.08.005>
- Hurle, K., Oliveira, J. M., Reis, R. L., Pina, S., & Goetz-Neunhoffer, F. (2021). Ion-doped Brushite Cements for Bone Regeneration. *Acta Biomaterialia*, *123*, 51–71. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.actbio.2021.01.004>
- Kashimbetova, A., Slámečka, K., Casas-Luna, M., Oliver-Urrutia, C., Ravaszová, S., Dvořák, K., Čelko, L., & Montufar, E. B. (2022). Implications of unconventional setting conditions on the mechanical strength of synthetic bone grafts produced with self-hardening calcium phosphate pastes. *Ceramics International*, *48*(5), 6225–6235. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.11.163>
- Lee, H.-J., Kim, B., Padalhin, A. R., & Lee, B.-T. (2019). Incorporation of chitosan-alginate complex into injectable calcium phosphate cement system as a bone graft material. *Materials Science and Engineering: C*, *94*, 385–392. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.msec.2018.09.039>
- Li, X., & Chang, J. (2004). Synthesis of Wollastonite Single Crystal Nanowires by a Novel Hydrothermal Route. *Chemistry Letters*, *33*(11), 1458–1459. <https://doi.org/10.1246/cl.2004.1458>
- Lode, A., Heiss, C., Knapp, G., Thomas, J., Nies, B., Gelinsky, M., & Schumacher, M. (2018). Strontium-modified premixed calcium phosphate cements for the therapy of osteoporotic bone defects. *Acta Biomaterialia*, *65*, 475–485. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2017.10.036>
- Ly, O., Monchau, F., Rémond, S., Lors, C., Jouanneaux, A., Debarre, É., & Damidot, D. (2020). Optimization of the formulation of an original hydrogel-based bone cement using a mixture design. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, *110*, 103886. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.103886>
- Martins, M. G. (2021). Caracterização de uma argila da região norte de Minas Gerais para aplicações industriais. In *Universidade Federal de Ouro Preto*. <https://200.239.128.125/handle/35400000/2965>
- Morúa, O. C., Cardoso, M. J. B., da Silva, H. N., Carrodegua, R. G., Rodríguez, M. A., & Fook, M. V. L. (2021). Synthesis of brushite/polyethylene glycol cement for filler in bone tissue injuries. *Cerâmica*, *67*, 289–294.
- Morúa, O. C., Cardoso, M. J. B., Farias, K. A. S., Barbero, M. A. R., Carrodegua, R. G., & Fook, M. V. L. (2017). *Síntese e Avaliação de Cimento Ósseo com Diferentes Concentrações de Brushita*. *1*, 58–63.
- Şahin, E., & Çiftçiöğlü, M. (2021). Compositional, microstructural and mechanical effects of NaCl porogens in brushite cement scaffolds. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, *116*, 104363. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2021.104363>
- Sanosh, K. P., Chu, M.-C., Balakrishnan, A., Kim, T. N., & Cho, S.-J. (2009). Utilization of biowaste eggshells to synthesize nanocrystalline hydroxyapatite powders. *Materials Letters*, *63*(24–25), 2100–2102.

Sarkar, A., & Kannan, S. (2014). In situ synthesis, fabrication and Rietveld refinement of the hydroxyapatite/titania composite coatings on 316L SS. *Ceramics International*, 40(5), 6453–6463. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.11.096>.

Silva, L. P., Ribeiro, M. D. P., Trichês, E. S., & Motisuke, M. (2019). Brushite cement containing gelatin: evaluation of mechanical strength and in vitro degradation. *Cerâmica*, 65, 261–266.

Sun, L., & Guo, D. (2022). Study on the improvement of compressive strength and fracture toughness of calcium phosphate cement. *Ceramics International*. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.03.128>.

Tamimi, F., Kumarasami, B., Doillon, C., Gbureck, U., Nihouannen, D. Le, Cabarcos, E. L., & Barralet, J. E. (2008). Brushite-collagen composites for bone regeneration. *Acta Biomaterialia*, 4(5), 1315–1321. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2008.04.003>.

Vezenkova, A., & Locs, J. (2022). Sudoku of porous, injectable calcium phosphate cements – Path to osteoinductivity. *Bioactive Materials*, 17, 109–124. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2022.01.001>