

## **OBTENÇÃO DE HIDROXIAPATITA A PARTIR DE BIORESÍDUO DE ESCAMA DE PEIXE**

Aline Machado Bessow Machado<sup>1</sup>, Iasmin<sup>1</sup>, Luiz Fernando Rodrigues Jr.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Curso de Engenharia Biomédica, Universidade Franciscana, Santa Maria (RS), Brasil

E-mail:

**Resumo.** *As fraturas ósseas podem levar a diversos problemas e entre os diversos meios para tratá-las a engenharia tecidual vem usando a hidroxiapatita. A hidroxiapatita pode ser obtida por diversas rotas de síntese, podendo ser utilizados precursores de fosfato e cálcio diversificados. Outra forma de obter é a partir de precursores naturais (bioresíduos). As biocerâmicas obtidas de fontes naturais demonstram melhores propriedades osteogênicas, além disso, apresentam um benefício ambiental. Para a obtenção da hidroxiapatita utilizou-se escamas de tilápia. As escamas foram secas, moídas e tratadas quimicamente com ácido clorídrico. Após, as amostras foram calcinadas nas temperaturas de 700 °C, 900 °C e 1100 °C. Para a análise das fases obtidas foi utilizada a técnica de difração por raios-X. A partir dos resultados observados é possível concluir que foi possível obter hidroxiapatita a partir de um bioresíduo, porém o uso de ácido clorídrico acarretou a formação de fases de cloroapatita.*

**Palavras-chave:** *Escamas de peixe, Hidroxiapatita, Biocerâmicas. Tilápia.*

### **1. INTRODUÇÃO**

A hidroxiapatita é um mineral componente estrutural dos ossos e dentes, tem chamado bastante atenção no campo de engenharia tecidual devido a sua grande osteocondutividade podendo ser usado na reparação de fraturas ósseas. Ela pode ser obtida por duas fontes, natural ou sintética. Na rota sintética pode-se utilizar o método de via úmida, combustão, reação por estados sólido e sonificação. Podendo ser utilizadas precursores de fosfato e cálcio diversificados. A rota natural é a partir de precursores, muitas vezes denominado bioresíduos, sendo que a fonte natural apresenta uma vantagem sobre a sintética já que tem melhores propriedades osteogênicas e é mais bioativa (DEB et al., 2019; PON-ON et al., 2016) Entre as fontes naturais estão ossos, conchas, calcário, casca de frutas, algas e folhas. O peixe é uma boa fonte natural de hidroxiapatita, podendo ser utilizado seus ossos e suas escamas para a obtenção da mesma. Todo o ano entre 18 e 30 toneladas de resíduos de peixe é colocado na natureza, sendo que aproximadamente uma tonelada é composta por escamas de peixe (WU, 2019)

Devido a nossa preocupação com a natureza nesse trabalho decidimos utilizar um precursor natural considerado um bioresíduo. Mais especificamente foi utilizado escamas de peixe, da Tilápia Gift um peixe nativo da região do sul do Brasil.

### **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

Neste trabalho foram utilizadas escamas de Tilápia Gift obtidas com um produtor local. Essas foram previamente lavadas com água corrente, para remover sujidades indesejados decorrentes do processo de extração manual.

Para se obter a amostra de biocerâmica a partir de escama de peixe, foi realizada a sua secagem na temperatura de 110 °C por 24 horas, logo após foi feito a moagem em moinho de

bolas por 30 minutos. Depois de moída a amostra sofreu um tratamento químico com Ácido Clorídrico (HCl) 4% em volume por 15 minutos e foi neutralizada com Hidróxido de Sódio (NaOH) 2 M. Em seguida a amostra foi filtrada a vácuo, lavada três vezes com água destilada, logo após foi seca em estufa a 100° por 12 horas. As amostras então foram calcinadas as temperaturas de 700°, 900° e 1100°, foi feita uma rampa de 10°C/min e tempo de patamar de 60 minutos.

## 2.1 Caracterização dos produtos obtidos

As estruturas cristalinas das amostras dos pós obtidos foram determinadas por difração de raios-X (DRX), fazendo uso de um difratômetro Bruker, modelo D2 Phaser, com radiação  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ) e operando a 30 kV e 10 mA. Os valores de varredura do ensaio entre  $2\theta$  de 10° à 70° e velocidade de 0,057° por segundo.

## 3.RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Fig. 1 é apresentado o DRX da amostra de escamas seca. Como pode ser observado pelos padrões de difração, foi encontrado apenas a fase hidroxiapatita (JCPDS: 09-0432). Esse resultado está em acordo com o observado por Chai & Tagaya (2018).

Após a calcinação à 700 °C o difratograma das escamas apresenta unicamente a fase Hidroxiapatita, porém, como pode ser observado na Fig. 2, os picos aparecem mais bem definidos, comportamento característico de Hidroxiapatita calcinada a temperaturas acima de 500 °C (SANTOS et al, 2005).

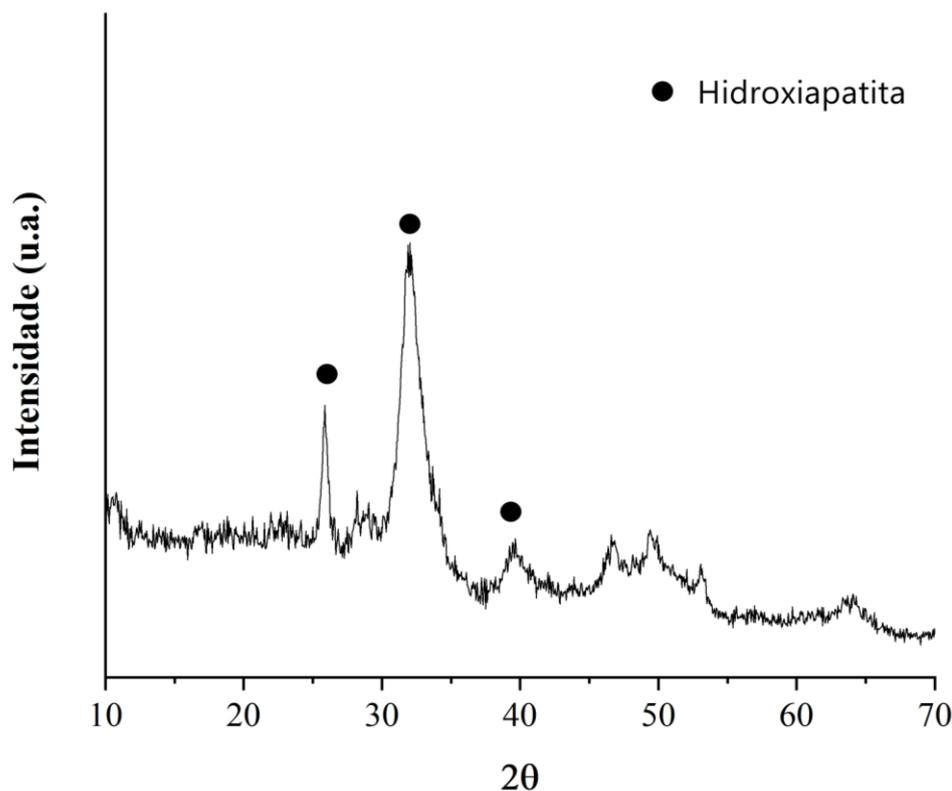


Figura 1: DRX da amostra de escamas após período de secagem de 24 horas a 110 °C  
(JCPDS: 09-0432 – hidroxiapatita)

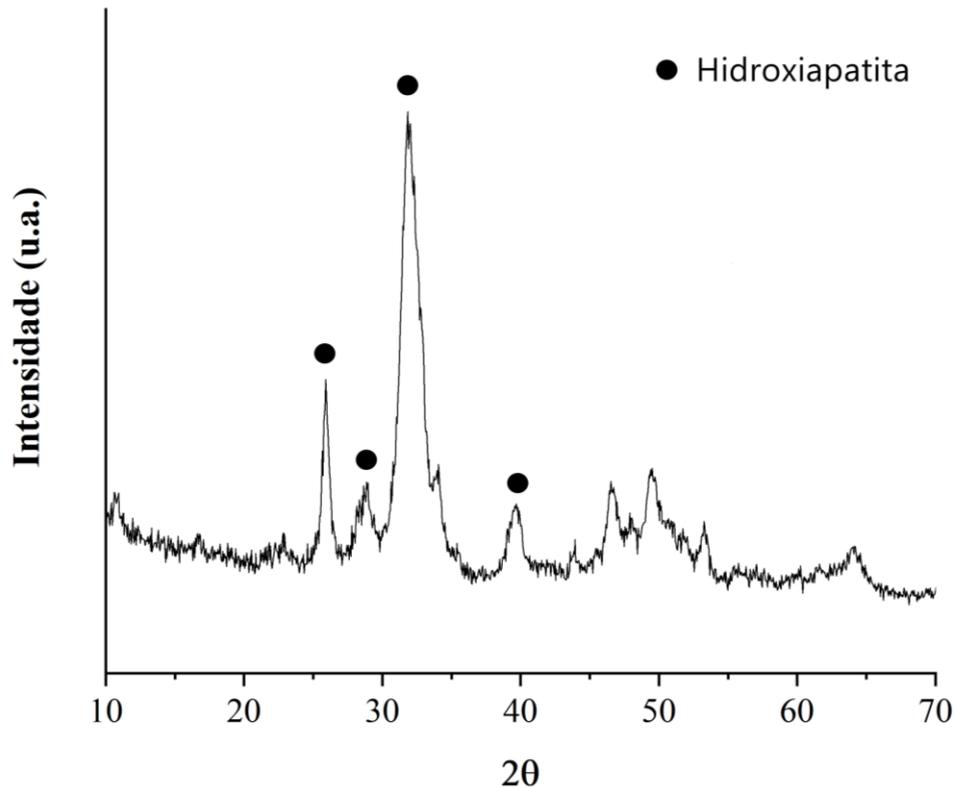


Figura 2: DRX da amostra seca e posteriormente calcinada a 700 °C com rampa de 10 °C/min. e tempo de patamar de 60 minutos (JCPDS: 09-0432 – hidroxiapatita).

A Fig. 3 apresenta o DRX da amostra sem tratamento químico que foi seca e calcinada numa temperatura de 1100 °C. É possível a observação de picos de hidroxiapatita e de beta tricalciofosfato ( $\beta$ -TCP), os resultados obtidos foram de acordo com o esperado já que em outros trabalhos o  $\beta$ -TCP começa aparecer em temperaturas de 800 °C. Os picos já se demonstram finos e cristalinos (PICCIRILLO et al., 2014)

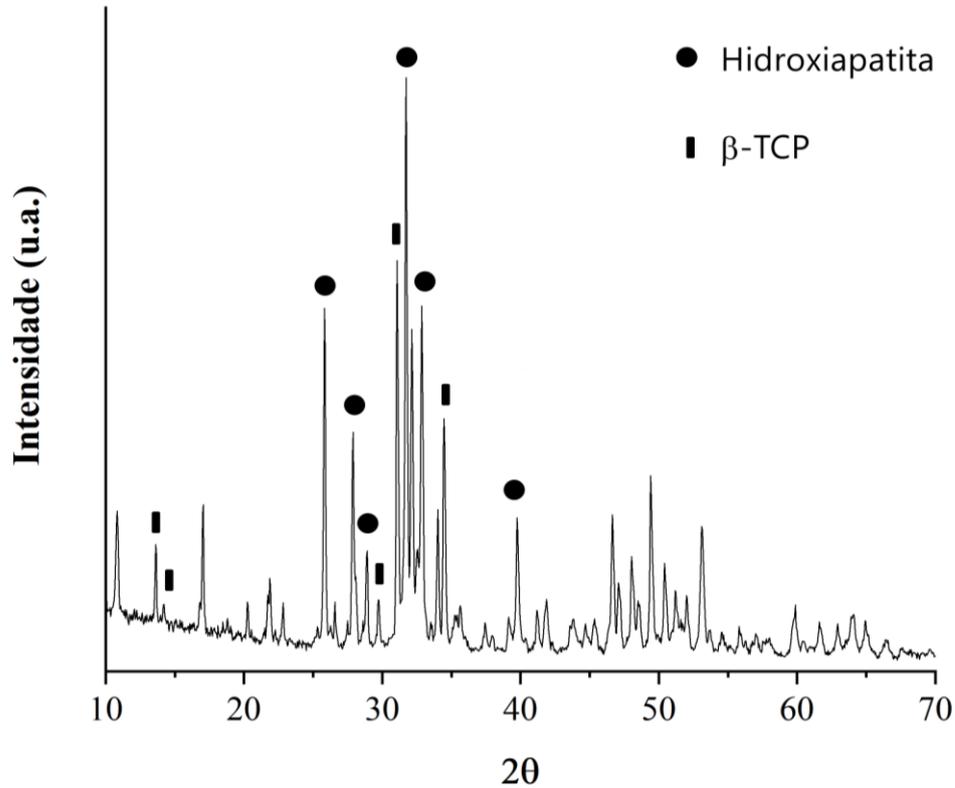


Figura 3: DRX da amostra de seca e posteriormente calcinada a 1100 °C com rampa de 10 °C/min e tempo de patamar de 60 minutos (JCPDS: 09-0432 – hidroxiapatita; JCPDS: 09-0169 – beta tricalcio fosfato).

Na figura 4 estão os padrões para o DRX das amostras, mostrando um comparativo entre a que sofreu tratamento químico e a sem tratamento, ambas foram calcinadas numa temperatura de 900 °C. A amostra que sofreu tratamento químico não mostrou nenhum pico de hidroxiapatita, apenas cloros de cloroapatita hidroxilada e beta fosfato de cálcio e sódio. Já a amostra não tratada apresentou picos de hidroxiapatita, Beta-TCP e cloroapatita, apesar de cloroapatita não ser o resultado esperado essa cerâmica apresenta uma bioatividade maior que hidroxiapatita e melhores propriedades mecânicas. (PICCIRILLO et al., 2014)

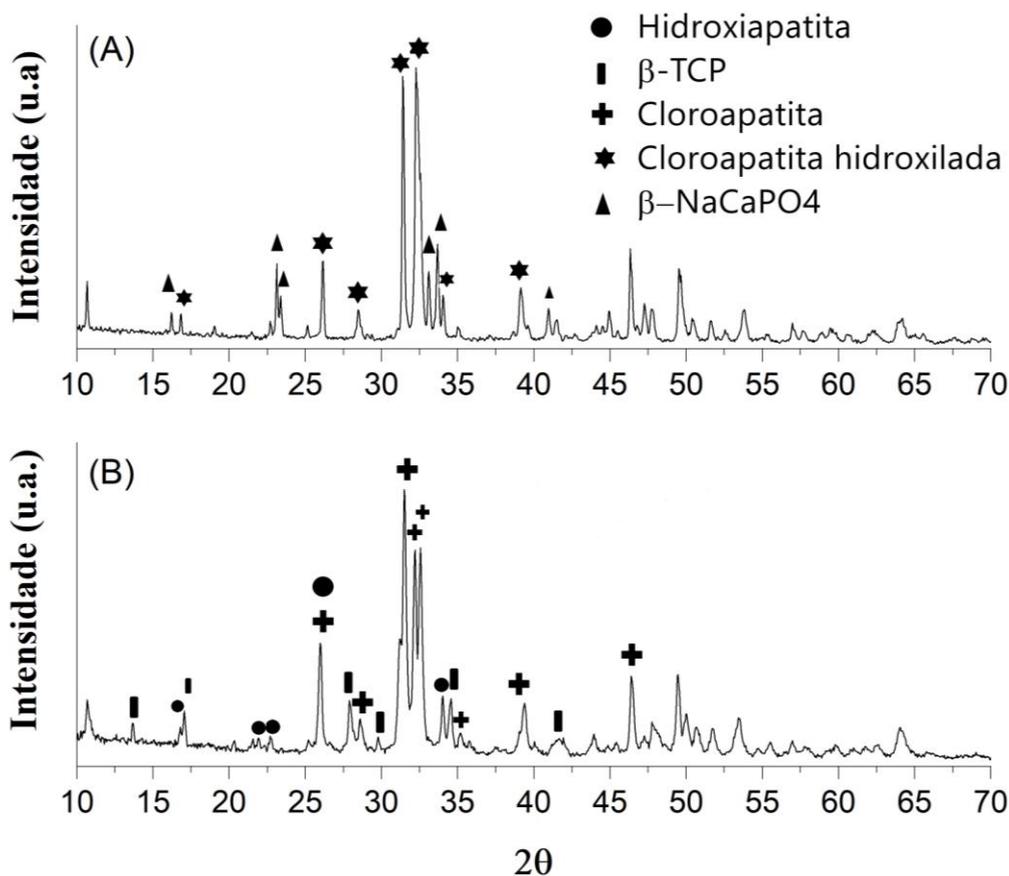


Figura 4: DRX das amostras secas e calcinadas a 900 °C com rampa de 10 °C/min. e tempo de patamar de 60 minutos: (A) Amostra que sofreu tratamento químico e (B) amostra que não sofreu tratamento químico. (JCPDS: 09-0432 – hidroxiapatita; JCPDS: 09-0169 – beta tricalcio fosfato; JCPDS: 01-073-1728 – cloroapatita; JCPDS: 01-070-0793 – cloroapatita hidroxilada; JCPDS: 029-1193).

#### 4.CONCLUSÕES

Foi possível obter Hidroxiapatita a partir de escamas de tilápia. Contudo, a metodologia proposta apresenta resquícios de íons cloreto e sódio após as etapas de remoção de material orgânico, neutralização e lavagem. Desta forma, as próximas etapas devem prever uma metodologia mais eficaz para remoção destes íons.

#### AGRADECIMENTOS

Este trabalho só foi possível devido ao apoio da Universidade Franciscana e do coordenador do curso de Engenharia Biomédica Luiz Fernando Rodrigues Jr..

## REFERÊNCIAS

Santos, M. L., Florentino, A. O., Saeki, M. J., Aparecida, A. H., Fook, M. V. Lia, & Guastaldi, A. C.. (2005). Síntese de hidroxiapatita pelo método sol-gel utilizando precursores alternativos: nitrato de cálcio e ácido fosfórico. *Eclética Química*, 30(3), 29-35.

DEB, P. et al. Development of bone scaffold using *Puntius conchoni* fish scale derived hydroxyapatite: Physico-mechanical and bioactivity evaluations. **Ceramics International**, v. 45, n. 8, p. 10004–10012, 2019.  
PICCIRILLO, C. et al. Hydroxyapatite and chloroapatite derived from sardine by-products. **Ceramics International**, v. 40, n. 8 PART B, p. 13231–13240, 2014.

PON-ON, W. et al. Hydroxyapatite from fish scale for potential use as bone scaffold or regenerative material. **Materials Science and Engineering C**, v. 62, p. 183–189, 2016.

WU, C. S. Comparative assessment of the interface between poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) and fish scales in composites: Preparation, characterization, and applications. **Materials Science and Engineering C**, v. 104, n. June, p. 109878, 2019.

CHAI, Y.; TAGAYA, M, Simple preparation of hydroxyapatite nanostructures derived from fish scales, *Materials Letters*, v, 222, p, 156-159, 2018.

## **HYDROXYAPATITE PRODUCTION FROM FISH SCALE BIOWASTE**

Aline Machado Bessow Machado<sup>1</sup>, Iasmin<sup>1</sup>, Luiz Fernando Rodrigues Jr.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Curso de Engenharia Biomédica, Universidade Franciscana, Santa Maria (RS), Brasil

E-mail:

**Abstract.** *Bone fractures may cause several problems and among the various method of treating the use of tissue engineering have prove to be very effective, actually it been using of hydroxyapatite. Hydroxyapatite can be obtained by diversses way, synthetic method is made by using of diversificates precursors of phospate and calcium. Another manner of obtaining it is using natural precursors that would become biowaste. Bioceramics obtained from natural source have better osteogenic properties, besides that, show environmental benefit. Hydroxyapatite was obtained using tilapia scales. The scales were dried, grounded and chemically treated with hydrochloric acid. Afterwards, the samples were calcined at 700 °C, 900 °C and 1100 ° C. For the analysis of the obtained phases, the X-ray diffraction technique was used. From the observed results it can be concluded that it was possible to obtain hydroxyapatite from a bioresidue, but the use of hydrochloric acid led to the formation of chloroapatite phases.*

**Keywords:** *Fish scale, Hydroxyapatite, Bioceramics. Tilápia*