

## Análise Microestrutural da Hidroxiapatita Substituída por Cobalto

Carolina T. Monnerat<sup>1</sup> (IC), Carlos B. Boechat<sup>1</sup> (PQ), José M. Siqueira Junior<sup>1</sup> (PQ)\*

<sup>1</sup>Departamento de Química Inorgânica – Instituto de Química - Universidade Federal Fluminense

Palavras Chaves: hidroxiapatita substituída, Rietveld, Análise Microestrutural.

### Introdução

A hidroxiapatita,  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , pertence a uma importante família de compostos minerais sólidos de fórmula geral  $\text{M}_{10}(\text{XO}_4)_6(\text{Y})_2$ . Suas características químicas e estruturais fazem com que ela possa ser amplamente utilizada na área médica, na indústria farmacêutica e na indústria química. Muitas de suas aplicações são associadas à alta mobilidade iônica.

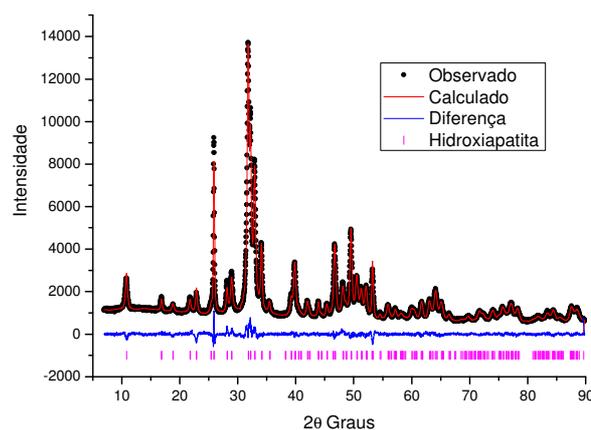
Uma característica marcante da hidroxiapatita reside no número de substituições que essa permite como, por exemplo, íons  $\text{Ca}^{2+}$  por íons  $\text{Co}^{2+}$ , sem modificação apreciável da estrutura. O estudo de substituições tem procurado caracterizar a estrutura, cristalina e relacionar suas propriedades físico-químicas com o grau de substituição, o grau de ordem e desordem da rede e o tipo de superfície dos cristais.

Neste trabalho sintetizou-se a hidroxiapatita pelo método hidrotermico<sup>1</sup>, com substituição de íons  $\text{Ca}^{2+}$  por íons  $\text{Co}^{2+}$  na estrutura da hidroxiapatita nos percentuais nominais de 1, 5 e 10%. Os materiais produzidos foram analisados por difração de Raios-X, num difratômetro Bruker AXSD8 Advanced na configuração Bragg-Brentano  $\theta/\theta$ . Os padrões de difração foram coletados em uma geometria plana, com passos de 0,02 graus e tempo de acumulação de 2 segundos por passo, utilizando um detector PSD (Modelo Bruker AXS LYNE X EYE). Os dados de DRX foram refinados seguindo o método Rietveld com software GSAS, a partir de ICSD 56308.

### Resultados e Discussão

Os perfis experimentais e calculados são mostrados na **Figura 1** e os dados do refinamento na **Tabela 1**. De acordo com a análise de Williamson-Hall a amostra de hidroxiapatita com substituição de íons  $\text{Ca}^{2+}$  por íons  $\text{Co}^{2+}$  na rede da hidroxiapatita é bastante heterogênea nas várias direções cristalográficas (hkl), apresentando microdeformações positivas em algumas famílias de planos cristalográficos (expansão da rede). O resultado pode ser explicado pela presença de íons  $\text{Co}^{2+}$  substituindo íons  $\text{Ca}^{2+}$  no sítio M1. Os dados do refinamento calculados, R-fatores, indicam que o modelo escolhido fornece um ajuste adequado para os dados experimentais e estão em conformidade

com os dados apresentados por LJILJANA VESELINOVIC *et al.*<sup>2</sup>



**Figura 1.** Perfis de DRX observado e calculado para hidroxiapatita substituída com 1% de cobalto.

**Tabela 1.** Dados de refinamento Rietveld para hidroxiapatita substituída com 1% de cobalto.

a=b	9,4205±0,0002Å
c	6,8780±0,0001Å
Rwp	4,58%
Rp	3,51%
$\chi^2$	2,89
Rf <sup>2</sup>	2,75%

Os valores médios de tamanho de cristalitos, obtidos pela equação de Scherrer, variam entre 12 a 30 nm.

### Conclusões

A análise microestrutural pelo método Williamson-Hall juntamente com o refinamento Rietveld mostraram eficazes na obtenção de informações de tamanho de cristalito e microdeformações decorrentes da substituição de íons  $\text{Ca}^{2+}$  por  $\text{Co}^{2+}$  na estrutura da hidroxiapatita.

### Agradecimentos

LDRX-UFF

<sup>1</sup> Nadir S., Lacout, J. L., Montel, G. and Tromb, J. C. Ann. Chim. Fr., **1983**, 8, 463.

<sup>2</sup> Veselinovic L.J., Karanovic L.J., Stojanovic Z., Bracko I., Markovic S., Ignjatovic N., Uskokovic D. J Appl Crystallogr. **2010**, 43, 320.