

Caracterização estrutural da HAP carbonatada cristalizada a 500 °C.

Ligia R. Reis¹(IC)*, Mirta Mir¹(PQ), Fábio L. Pissetti¹(PQ), Elizabeth L. Moreira²(TC) Alexandre M. Rossi²(PQ)

¹Universidade Federal de Alfenas / UNIFAL-MG – Alfenas, Brasil. *E-mail: ligia.reghin@gmail.com

²Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas/ CBPF- RJ – Rio de Janeiro, Brasil

Palavras Chave: Hidroxiapatita carbonatada, caracterização estrutural, cinética de sinterização.

Introdução

Devido a sua biocompatibilidade e osteointegração, as hidroxiapatitas (HAP) são utilizadas em implantes e próteses como substituto ao osso e ao dente humano. A maioria das propriedades químicas, físicas e biológicas desse mineral estão relacionadas à estrutura cristalina e ao arranjo dos átomos na molécula. Dependendo da rota de síntese utilizada na sua obtenção, podem-se obter uma grande variedade de biocerâmicas com características e propriedades distintas, as quais determinam o comportamento biológico de tais materiais. Para caracterização estrutural foram utilizadas técnicas de difração de raios X (DRX) por policristais, análise térmica e espectroscopia no infravermelho (IV). Os refinamentos dos difratogramas foram feitos pelo método de Rietveld utilizando o programa Fullprof¹.

Resultados e Discussão

Foram feitos tratamentos térmicos a 500 °C na HAP carbonatada $(Ca_{10-x/2}(PO_4)_6-x(CO_3)_x(OH)_{2-2y}(CO_3)_y)$ ² nanoestrutural permanecendo por 2, 4, 6 e 13 horas nessa temperatura, com o objetivo de estudar a cinética da sinterização e obter uma estrutura cristalina a uma temperatura menor que a reportada (~1050 °C). Na figura 1 podemos ver os resultados das medidas de DRX realizadas em cada caso.

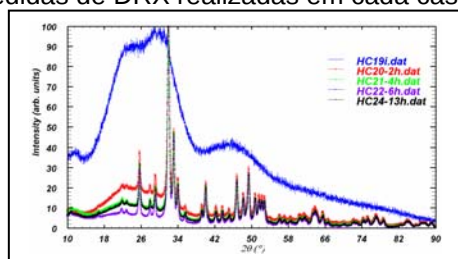


Figura 1. Difratogramas da HAP carbonatada tratada termicamente.

Para decidir o grupo espacial (GE) que mais justificasse a estrutura, foram testados os grupos P63/m ³ correspondente a HAP não carbonatada e os grupos P-6 ² e P-3 ⁴ correspondentes a carbonatada. Todos os refinamentos deram resultados próximos e satisfatórios, motivo pelo qual foram realizados cálculos estatísticos⁵ para decidir o GE mais provável. Nos espectros de IV podemos

ver as bandas de vibração na HAP para a amostra inicial e após o último tratamento térmico (figura 2). A presença nas duas amostras da banda em 1430 cm⁻¹ correspondente às vibrações moleculares do grupo CO₃²⁻, indica a presença deste grupo devido à substituição iônica do carbonato na estrutura da HAP. A banda em 1.650 cm⁻¹ indica a presença do grupo OH⁻ correspondente à água a qual não aparece na amostra após o tratamento térmico.

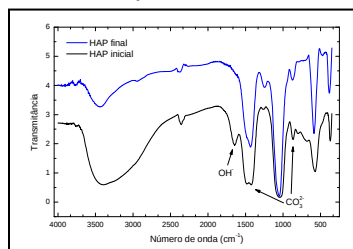


Figura 2. Espectro no IV da HAP inicial e após o tratamento térmico.

As amostras foram caracterizadas por análise térmica diferencial e gravimétrica (ATD/ATG) para estudar as transições de fases presentes em cada caso. A temperatura de cristalização final da HAP diminui 250 °C com o tratamento térmico.

Conclusões

Os resultados de DRX mostraram que a máxima cristalização foi obtida após 6h de tratamento térmico a 500 °C. Foi realizada a análise estrutural da HAP com 13% de carbonato, e o cálculo estatístico indicou o grupo espacial P63/m como mais provável neste caso.

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Eduardo T. de Almeida, UNIFAL e FAPEMIG.

¹ Rodríguez-Caravajal, J. FULLPROF, (version 2008), based on the original code provided by Wiles, D. B.; Young, R. A. and Sakthivel A. *J. Applied Cryst.* **1981**, 14, 149.

² Suetsugu, Y.; Takahashi, Y.; Okamura, F. P. e Tanaka, J. *Journal of Solid State Chemistry.* **2000**, 155, 292.

³ Tomita, K.; Kawano, M.; Shiraki K. e Otsuka, H. *J. Min. Petr. Econ. Geol.* **1996**, 91, 11.

⁴ Fleet, M.E. e Liu Xiaoyang. *Journal of Solid State Chemistry.* **2003**, 174, 412.

⁵ Hamilton, W. C. *Acta Cryst.* **1965**, 18, 502.