

# Sínteses e estudo de hidroxiapatita nanométrica obtidas em diferentes temperaturas

Ligia R. Reis<sup>1</sup> (IC)\*, Mirta M. Caraballo<sup>1</sup> (PQ), Alexandre M. Rossi<sup>2</sup> (PQ)

<sup>1</sup> Universidade Federal de Alfenas/Unifal-MG – Alfenas, MG, Brasil. \*E-mail: ligia.reghin@gmail.com

<sup>2</sup> Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – Rio de Janeiro, RJ, Brasil

Palavras Chave: Hidroxiapatita, síntese, microestrutura.

## Introdução

Hidroxiapatita (HAP) ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) é um fosfato de cálcio da família das apatitas. Uma das formas de síntese dos cristais da HAP mais utilizadas é por solução aquosa supersaturada de fosfato<sup>1</sup>. Na medicina, este material tem sido submetido a numerosas investigações nos últimos anos, devido a sua similaridade como os tecidos ósseos e dentários. Os ossos são formados por camadas que geralmente apresentam pouca cristalinidade e diversas microestruturas<sup>2</sup>. Para a aplicação de materiais em implantes na área da medicina é necessário que a amostra apresente características semelhantes as do osso hospedeiro. Por este motivo é necessário um estudo detalhado destes materiais, visando obter amostras com pouca cristalinidade e com propriedades similares as do osso específico em cada caso. Para a caracterização das amostras sintetizadas foram utilizadas as técnicas de difratometria de raios X (DRX), espectroscopia vibracional na região do infravermelho (IV) e análise termogravimétrica (TGA).

## Resultados e Discussão

Foram obtidas HAP em diferentes temperaturas de síntese, pelo método de solução aquosa de  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{NH}_4\text{OH}$  supersaturada de fosfato. A secagem foi feita por 24 horas em uma estufa. A Tabela 1 mostra a temperatura de síntese e secagem para cada amostra.

**Tabela 1.** Temperatura de síntese (T) e de secagem (S) das HAP.

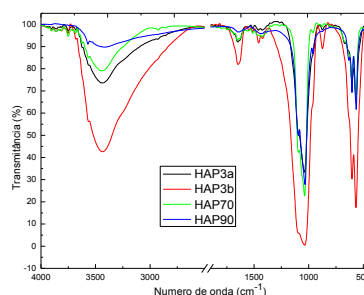
Amostra	HAP3a	HAP3b	HAP70	HAP90
T (°C)	3	3	70	90
S (°C)	30	90	70	80

Os difratogramas obtidos por DRX foram refinados pelo método de Rietveld e os resultados do tamanho dos cristalitos (size) e microdeformações (strain) com as anisotropias correspondentes, e do fator de concordância ( $\chi^2$ ) estão apresentados na Tabela 2. Pode-se apreciar que o tamanho médio dos cristalitos aumenta quanto maior é a temperatura de síntese das HAP. Através do IV (Figura 1) foi possível observar os modos de vibração da ligação

P-O dos grupos  $\text{PO}_4$  [ $1050$  ( $\nu_3$ ) e  $571$  ( $\nu_4$ )  $\text{cm}^{-1}$ ] e da ligação O-H ( $3754$   $\text{cm}^{-1}$ ) característicos da HAP.

**Tabela 2.** Size: tamanho médio aparente dos cristalitos e o valor correspondente à anisotropia. Strain: deformação média máxima e a anisotropia correspondente.  $\chi^2$ : fator de concordância para os refinamentos.

Amostra	HAP3a	HAP3b	HAP70	HAP90
Size (Å)	81,01 (34,26)	92,56 (37,63)	190,72 (67,49)	386,50 (87,53)
Strain (%)	56,467 (0,019)	45,573 (0,045)	14,134 (0,026)	2,677 (0,001)
$\chi^2$	1,02	1,11	1,17	1,34



**Figura 1.** Espectros no IV das HAP

Foi realizada análise termogravimétrica, na faixa de 27 a 1100 °C, para estudar em detalhes as transformações que apresenta cada amostra, sendo que todas deram semelhantes.

## Conclusões

Em todos os casos foi obtida uma hidroxiapatita estequiométrica e nanométrica. Os resultados de DRX mostraram que a amostra mais cristalina foi a obtida à 90 °C, e a menos cristalina e mais nanométrica a sintetizada à 3 °C e seca à temperatura ambiente. Os espectros no IV e as curvas termogravimétricas deram resultados semelhantes entre as amostras.

## Agradecimentos

UNIFAL/MG, FAPEMIG, CBPF.

<sup>1</sup> Lasic, S. et al.. *J. Cryst. Growth.* **1996**, *165*, 124.

<sup>2</sup> Deligianni, D.D. et al. *Biomaterials.* **2001**, *22*, 87.