

# Fatores que influenciam na cristalização da Hidroxiapatita Nanométrica

Rafael S. Geonmonond<sup>1\*</sup> (IC), Mirta Mir<sup>1</sup> (PQ)

1. Instituto de Química (IQ) - Universidade Federal de Alfenas (UNIFAL-MG).

\*rafaelsg31@gmail.com

Palavras Chave: Hidroxiapatita Estequiométrica, Síntese e Caracterização, Estrutura Cristalina.

## Introdução

A hidroxiapatita,  $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$  (HA) é comumente aplicada na substituição de ossos humanos, tanto em implantes como em próteses, devido a suas propriedades de elevada biocompatibilidade e osteointegração<sup>1</sup>. Tem-se mostrado que as propriedades dos materiais são fortemente influenciadas pelo processo de preparação empregado na obtenção da amostra, como: temperatura, gotejamento e tipo de secagem, entre outras. Desta forma, para realizar estudos das propriedades específicas dos materiais e sua adequação as aplicações tecnológicas, seja na medicina<sup>2</sup> ou na indústria, é indispensável o conhecimento e controle detalhado do processo de preparação das amostras. Na atualidade existe notável interesse em correlacionar o tamanho dos cristais com as propriedades na escala nanométrica, pois tem se mostrado que as propriedades finais do material estão fortemente correlacionadas com o tamanho inicial e final dos cristais, assim como das diferentes imperfeições neles existentes. Neste contexto se propõe o estudo da influência da temperatura de síntese e do gotejamento na obtenção da hidroxiapatita estequiométrica nanométrica, para obter um material com tamanhos próximos ao osso humano.

## Resultados e Discussão

As HAs foram obtidas em diferentes temperaturas de síntese, pelo método de solução aquosa de  $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  e  $NH_4OH$  supersaturada de fosfato. Foram realizadas duas séries com diferentes tipos de gotejamento: rápido (R) e lento (L). Em todos os casos a secagem foi feita por 24 horas em uma estufa. Foram realizadas medidas de infravermelho (IV), difração de raios X (DRX) e análises térmicas (TG e DSC). Todas as medidas de DRX foram refinadas utilizando o método de Rietveld, onde foi utilizado o método dos harmônicos esféricos para obter o tamanho anisotrópico dos cristais. As Tabelas 1 e 2 mostram a nomenclatura utilizada, a temperatura de síntese (T) e secagem (S), bem como o tamanho médio do cristal (T.C.) obtidos do refinamento do difratograma para cada amostra.

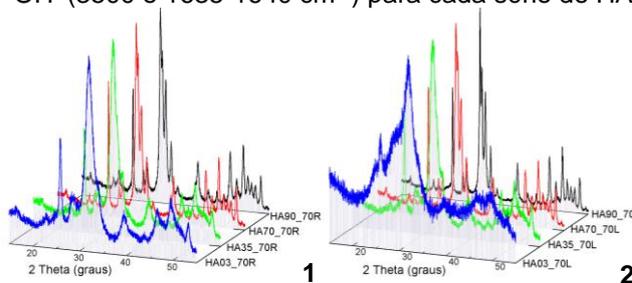
**Tabela 1.** Dados das amostras sintetizadas pelo gotejamento rápido.

| Nomenclatura | T (°C) | S (°C) | T.C. (Å) |
|--------------|--------|--------|----------|
| HA03_70R     | 03     | 70     | 57.87    |
| HA35_70R     | 35     | 70     | 120.12   |
| HA70_70R     | 70     | 70     | 234.81   |
| HA90_70R     | 90     | 70     | 251.71   |

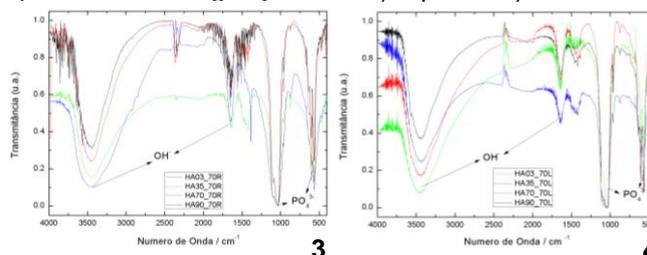
**Tabela 2.** Dados das amostras sintetizadas pelo gotejamento lento.

| Nomenclatura | T (°C) | S (°C) | T.C. (Å) |
|--------------|--------|--------|----------|
| HA03_70L     | 03     | 70     | 20.05    |
| HA35_70L     | 35     | 70     | 147.34   |
| HA70_70L     | 70     | 70     | 266.69   |
| HA90_70L     | 90     | 70     | 352.51   |

Nas figuras 1 e 2 mostram-se os resultados de DRX obtidos. Observa-se um estreitamento dos picos nas amostras sintetizadas a maior temperatura em ambos os casos, atribuído à cristalização. A análise do IV (fig. 3 e 4) mostrou os modos de vibração característicos dos grupos  $PO_4^{3-}$  ( $1050$  e  $571$   $cm^{-1}$ ) e  $OH^-$  ( $3500$  e  $1635-1640$   $cm^{-1}$ ) para cada série de HA.



**Figuras 1 e 2.** Difratogramas das HAs sintetizadas pelo método de gotejamento 1) rápido e 2) lento.



**Figuras 3 e 4.** Espectros de IV das HAs sintetizadas pelo método de gotejamento 3) rápido e 4) lento.

## Conclusões

Os resultados mostraram que uma maior temperatura de síntese favorece a formação e o crescimento dos cristais de HA e diminui a quantidade de água não estrutural presente nas amostras. As amostras obtidas com gotejamento lento apresentaram tamanho de cristal maior que as obtidas com gotejamento rápido, com exceção da amostra sintetizada a  $03^\circ C$  que resultou a mais nanométrica das duas séries.

## Agradecimentos

UNIFAL-MG, FAPEMIG, CAPES, CNPq e FINEP.

<sup>1</sup>Pielichowska, K.; Blazewicz, S., *Adv. Polym. Tech.*, **2010**, 232, 97-207

<sup>2</sup>Al-Kattan, A.; et. al., *Adv. Eng. Mater.*, **2010**, 12, B224-B233.