

# PRODUÇÃO DE HIDROXIAPATITA VIA SÍNTESE HIDROTHERMAL E CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS OBTIDOS

França, I.R. (Departamento de Engenharia Metalúrgica – UFMG);  
e-mail: [rolla@brfree.com.br](mailto:rolla@brfree.com.br)

Pereira, M.M. (Departamento de Engenharia Metalúrgica – UFMG).  
e-mail: [mpereira@demet.ufmg.br](mailto:mpereira@demet.ufmg.br)

## **Abstract**

In this work hydroxiapatite samples were synthesized starting from the reagentes hidróxido of calcium and phosphate of calcium moisturized monobásico. The reaction happens immediately after the mixture of those reagentes forming fine particles and of low cristalinity. The influence of the treatment hidrotermal in those powders was evaluated by the analysis of different samples obtained according to a planning fatorial of the variables temperature and time in two levels, a high one and other bass. The adopted temperature values were 115°C and 245°C and the one of time were 1 and 4horas, being the obtained powders, properly characterized.

## **Resumo**

Neste trabalho foram sintetizadas amostras de hidroxiapatita a partir dos reagentes hidróxido de cálcio e fosfato de cálcio monobásico hidratado. A reação ocorre imediatamente após a mistura desses reagentes em solução formando partículas finas e de baixa cristalinidade. A influência do tratamento hidrotermal nesses pós foi avaliado pela análise de diferentes amostras obtidas segundo um planejamento fatorial das variáveis temperatura e tempo em dois níveis, um alto e outro baixo. Os valores de temperatura adotados foram 115°C e 245°C e os de tempo 1 e 4horas, sendo os pós obtidos, devidamente caracterizados.

## **1 – Introdução**

Materiais passíveis de serem usados como substitutos de tecidos vivos, no todo ou em parte, ou de estarem em constante contato com estes, dentro ou fora do corpo, sem provocarem reações de corpo estranho, atendendo ao requisito de funcionalidade para o qual foram projetados, são chamados de biomateriais. Atualmente são utilizados biomateriais metálicos, cerâmicos, poliméricos, compósitos ou recobrimentos, e para uma dada aplicação pode haver mais de um tipo de material e/ou processo de fabricação disponível.

As biocerâmicas vêm adquirindo uma posição de destaque na área de biomateriais. Substituindo materiais tradicionais ou sendo usadas juntamente com eles, tem-se alcançado expressivos ganhos de eficiência. O alto conteúdo tecnológico aplicado na produção desses materiais, agrega valores a eles, provocando efeitos multiplicadores na economia.

Dentre as biocerâmicas a hidroxiapatita (HA) se destaca como um dos materiais de maior interesse, sendo evidentes os motivos, uma vez que os ossos são constituídos por aproximadamente 70% em peso e 50% em volume de HA. Sua estrutura cristalográfica e composição química ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)(\text{OH})_2$ ) muito semelhante a apatita óssea elimina problemas de biocompatibilidade. Apresentando ainda propriedades como osteocondução e bioatividade, as aplicações clínicas dessas cerâmicas vêm tornando-se cada vez maiores, sendo usadas na substituição ou regeneração de tecidos ósseos. São aplicadas na forma de pó ou de monolitos, densos ou porosos.

Variações nas propriedades físicas e químicas são fatores que contribuem de forma significativa no desempenho da hidroxiapatita implantada. A dependência entre as propriedades do material cerâmico e as características do seu pó são determinadas pela tecnologia de preparação destes. Vários métodos podem ser utilizados para a obtenção da HA – reações de sistemas aquosos, reações no estado sólido e síntese hidrotermal<sup>(1)</sup>.

Objetivando estudar o efeito da temperatura e do tempo, na pureza, tamanho de partículas e composição, pós de hidroxiapatita foram obtidos por meio da síntese hidrotermal com variações nesses parâmetros.

## **2 – Procedimento experimental**

## 2.1 – Síntese hidrotermal

Para síntese da hidroxiapatita foram usados como reagentes os materiais  $\text{Ca(OH)}_2$  (hidróxido de cálcio) e  $\text{Ca(H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (fosfato de cálcio monobásico hidratado) com grau de pureza **pa**. Os reagentes foram misturados numa razão molar de 3 para 7, com o objetivo de se obter uma proporção Ca/P igual a 1,67. Eles foram pesados e separadamente dissolvidos em 300ml de água destilada. A massa do fosfato foi de 14,830g e a do hidróxido de cálcio foi 10,170g. O fosfato se solubilizou totalmente, já o  $\text{Ca(OH)}_2$  formou uma suspensão, dada a baixa solubilidade dessa base em água. Depois de devidamente preparados, os reagentes foram despejados simultaneamente na autoclave acrescentando-se um pouco mais de água, sendo o volume final de 700ml.

Imediatamente após a mistura dos reagentes observou-se, visualmente, uma mudança na suspensão obtida. Isso sugeriu que uma descrição mais precisa dessa etapa seria necessária. Foram então realizadas algumas sínteses somente à temperatura ambiente, sendo a parte hidrotermal suprimida.

As reações hidrotermais foram conduzidas segundo um planejamento fatorial de duas variáveis, temperatura e tempo, em dois níveis, um alto e outro baixo. Foram obtidas assim quatro amostras, como ilustra a tabela I, que foram produzidas em duplicatas. Utilizou-se mesma taxa de aquecimento,  $2,5^\circ\text{C}/\text{min}$ , e uma agitação média de 800rpm na produção de todas as amostras.

Tabela I: Identificação das amostras de hidroxiapatita obtidas por síntese hidrotermal

Identificação	Amostra	Temperatura ( $^\circ\text{C}$ )	Tempo	Pressão (MPa)
HÁ-AA	1	245	4	3,65
HÁ-AB	2	245	1	3,65
HÁ-BA	3	115	4	0,17
HA-BB	4	115	1	0,17

As amostras obtidas foram filtradas a vácuo, sendo a massa obtida lavada por três vezes com água destilada e então levada à estufa por um período de 24 horas a uma temperatura de  $110^\circ\text{C}$ .

Retiradas da estufa, as amostras foram desaglomeradas por meio da trituração em um grau de ágata e armazenadas em recipientes plásticos.

## **2.2 – Síntese em atmosfera controlada**

O aparecimento de picos característicos da HA-carbonatada na espectroscopia por infravermelho levou à realização de novas sínteses com variações em alguns parâmetros. O objetivo foi avaliar como o CO<sub>2</sub> atmosférico estava afetando o processo. Sínteses foram conduzidas com o objetivo de eliminar o CO<sub>2</sub> presente no ambiente da reação.

Inicialmente, a atmosfera dentro da autoclave foi controlada injetando N<sub>2</sub>. A síntese seguiu os mesmos parâmetros da produção da amostra 1 (HA-BB), tendo como único diferencial a introdução do gás inerte. A purga foi feita introduzindo-se, no reator, N<sub>2</sub> comercial até a pressão de 50psi e mantendo-se o sistema em agitação por 10 minutos. Liberou-se todo o gás e repetiu-se o procedimento anterior por mais duas vezes (amostra: HA-N<sub>2</sub>).

Em outra síntese, seguiu-se o mesmo procedimento desta última, tendo como diferenciais a injeção de N<sub>2</sub> até uma pressão mais elevada, 100psi e o aquecimento prévio da água utilizada para mistura dos reagentes até a temperatura de 85°C. Este aquecimento objetivou eliminar o CO<sub>2</sub> presente na água utilizada (amostra: HA-85N<sub>2</sub>).

Foi realizada também uma síntese a temperatura ambiente onde suprimiu-se o tratamento hidrotermal com o objetivo de observar se as alterações estruturais advinham desta etapa. Toda a reação se passou sob uma atmosfera de N<sub>2</sub> em uma câmara de atmosfera controlada (AMB-N<sub>2</sub>).

## **2.3 Síntese em Condições Ambientais**

Com o intuito de analisar a ocorrência da reação em condições ambientais, sínteses à temperatura e pressão ambientes foram efetuadas. Seguiram-se os procedimentos anteriores, tendo como única variável o tempo, sendo que depois de misturados os reagentes ficaram em agitação por 1, 5 e 90 minutos. Adotou-se a seguinte nomenclatura para as amostras:

TABELA II – TEMPO DE AGITAÇÃO PARA CADA UMA DAS AMOSTRAS OBTIDAS A TEMPERATURA AMBIENTE

<b>Amostra</b>	<b>Tempo de Reação (minutos)</b>
Ambiente1	1
Ambiente5	5
Ambiente90	90

## 2.4 Caracterização dos pós sintetizados

As amostras foram caracterizadas quanto a pureza, fases presentes, área superficial, estabilidade térmica e tamanho de partícula.

As análises por difração de raio-X foram feitas com o intuito de se obter respostas quanto a fases presentes e tamanho das partículas. Os difratogramas levantados foram realizados em um difratômetro com tubo anódico de cobre com tensão de 40KV e corrente de 20mA.

O uso da espectroscopia de infravermelho foi útil para a identificação das bandas de absorção características da hidroxiapatita e também de eventuais grupos não comuns a estrutura do material. As medidas foram realizadas no intervalo de 4000-400cm<sup>-1</sup>, utilizando o método da Reflexão Difusa, processo pelo qual uma pequena quantidade do material é misturada com KBr, ambos em pó, numa proporção 1:100.

Foram feitas também análises por microscopia eletrônica de varredura para observação da morfologia das partículas e análise por fluorescência de raios-X para determinação da pureza do material.

### 2.4.1 Tamanho de partícula

A partir da fórmula de Scherrer, apresentada abaixo, pôde-se determinar o tamanho das partículas pela medida da largura dos picos dos padrões de difração, a meia altura, de cada uma das amostras. Tem-se

$$D_{hkl} = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

onde  $D_{hkl}$  é a dimensão do cristal segundo a direção hkl,  $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação incidente,  $\beta=(B^2-b^2)^{1/2}$  onde B é a largura do pico a meia altura, b alargamento do pico provocado por questões instrumentais (distribuição espectral da radiação incidente, feixes não paralelos, fator de Lorentz e outros).

A forma das partículas foi determinada pela razão entre suas dimensões ao longo dos eixos **a** e **c**, da estrutura cristalográfica hexagonal dos cristais, dadas pela medida de **D** segundo as direções (002) e (300) respectivamente.

O tamanho médio das partículas também foi determinado, indiretamente, a partir das medidas de área superficial. A área superficial específica de um pó consistindo de partículas não porosas pode ser obtida por:

$$S_m = \frac{\psi}{ad} \quad (2)$$

onde  $\psi$  é o fator de forma que usualmente assume o valor 6 quando o fator de forma específico é desconhecido, **a** é o tamanho médio das partículas e d a densidade do pó. A partir de medidas de área superficial determinou-se **a**. As densidades dos pós foram obtidas por meio da picnometria de hélio.

As análises de área superficial específica foram realizadas utilizando-se a técnica BET de adsorção de gás nitrogênio. A condição de degaseificação aplicada foi: 120 minutos a 200°C a vácuo.

## 2.5 Tratamento térmico

As amostras obtidas no tratamento hidrotermal e na temperatura ambiente (AMBIENTE90) foram submetidas à temperatura de 1100°C por um período de 2 horas com a taxa de aquecimento de 10 °C/min. O objetivo foi avaliar a estabilidade térmica desses pós nesta temperatura e identificar as fases presentes, no caso de uma decomposição.

### 3- Resultados e discussões

#### 3.1 Síntese em condições ambientais

As figuras 3.1 a 3.6 apresentam os difratogramas das amostras obtidas em condições ambientais comparados com os dos dois reagentes utilizados na síntese. Os picos observados nos padrões das amostras correspondem à fase hidroxiapatita.

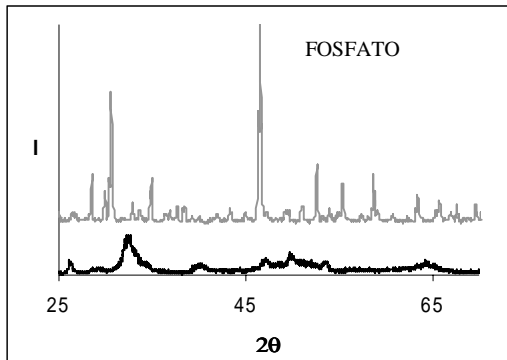


Figura 3.1: Difratograma de raios-X da amostra AMBIENTE1 e do reagente fosfato de cálcio monobásico hidratado

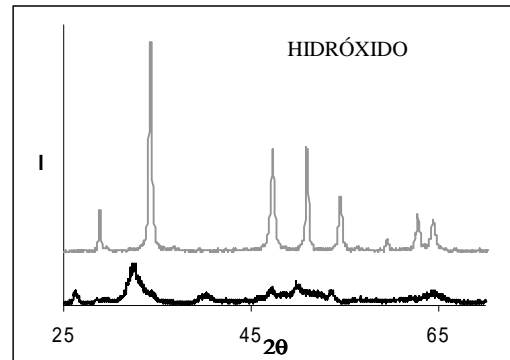


Figura 3.2: Difratograma de raios-x da amostra AMBIENTE1 e do reagente hidróxido de cálcio

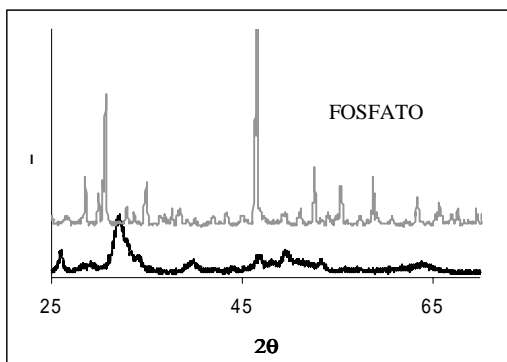


Figura 3.3: Difratograma de raios-X da amostra AMBIENTE5 e do reagente fosfato de cálcio monobásico hidratado

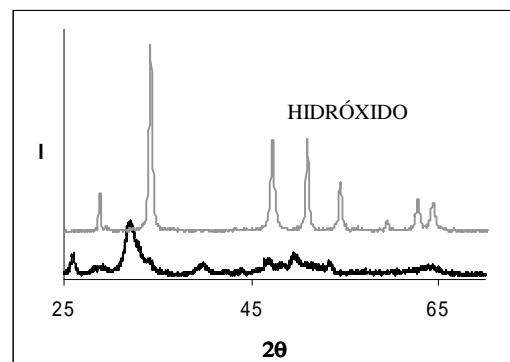


Figura 3.4: Difratograma de raios-X da amostra AMBIENTE5 e do reagente hidróxido de cálcio

Comparando-se os padrões de difração por raio-X de cada um dos três pós com o dos reagentes, não se observou nenhum pico que pudesse sugerir a presença significativa de certa quantidade dessas substâncias de origem. Estes resultados indicam que reação para formação da hidroxiapatita ocorre em condições ambientais e com alta velocidade de reação

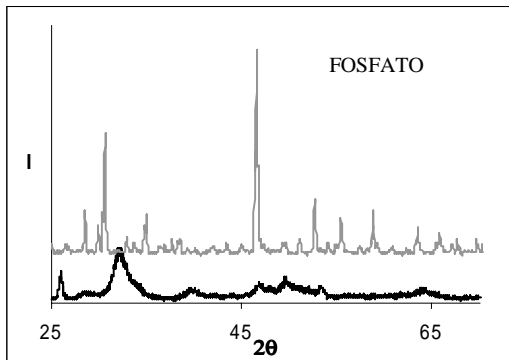


Figura 3.5: Difratoograma de raios-X da amostra AMBIENTE90 e do reagente fosfato de cálcio monobásico hidratado

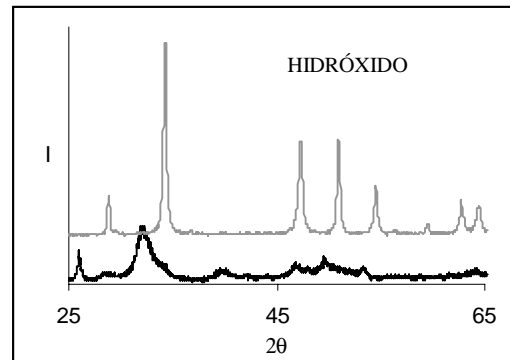


Figura 3.6: Difratoograma de raios-X da amostra AMBIENTE90 e do reagente hidróxido de cálcio

Os espectros de infravermelho dessas amostras e dos reagentes são apresentados nas figuras que seguem (fig. 3.7 a 3.9).

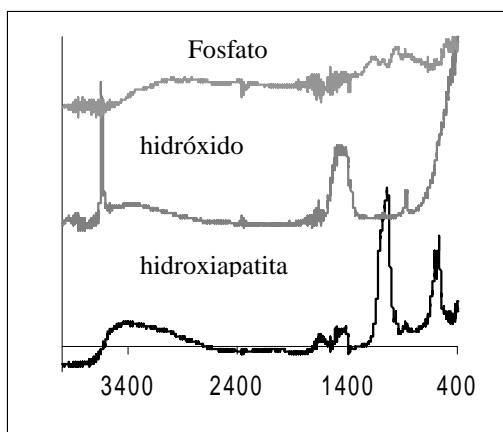


Figura 3.7: Infravermelho da amostra AMBIENTE1 e dos reagentes

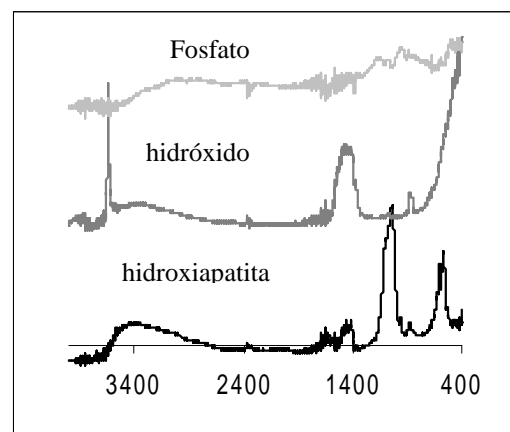


Figura 3.8: Infravermelho da amostra AMBIENTE5 e dos reagentes



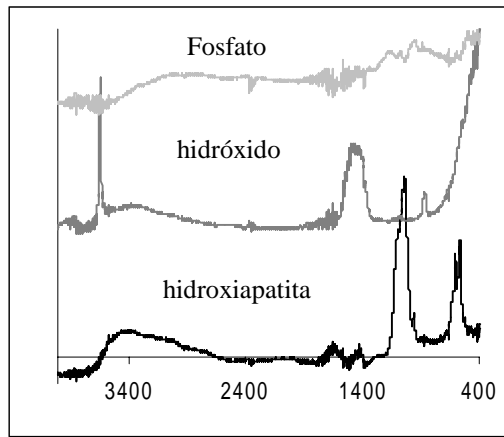


Figura 3.9: Infravermelho da amostra AMBIENTE90 e dos reagentes

A presença da hidroxiapatita é indicada pelas bandas de absorção características – P-O em  $1086\text{cm}^{-1}$ , P-OH em  $1036\text{cm}^{-1}$  e  $960\text{cm}^{-1}$ , O-H em  $625\text{cm}^{-1}$ , P-O em  $600\text{cm}^{-1}$ , P-O<sub>4</sub> em  $563\text{cm}^{-1}$ . O pico em  $3560\text{cm}^{-1}$ , referente ao grupo O-H, foi encoberto pela banda larga na região de  $2500\text{cm}^{-1}$  a  $3700\text{cm}^{-1}$  devido a água livre adsorvida na superfície do material. Entretanto, também são observados picos em  $867\text{cm}^{-1}$ ,  $1411\text{cm}^{-1}$  e  $1445\text{cm}^{-1}$  do C-O do grupo CO<sub>3</sub><sup>-2</sup>, indicando a presença de uma pequena quantidade de hidroxiapatita carbonatada.<sup>(1, 2, 3, 4)</sup>. A comparação dos espectros de infravermelho dos pós cerâmicos, com os espectros dos reagentes, reforça o resultado observado na difração de raios-X, indicando a formação de hidroxiapatita em condições ambientais e com uma alta velocidade de reação. A figura 3.10 mostra os espectros de infravermelho e os difratogramas dos pós obtidos em diferentes tempos de reação.

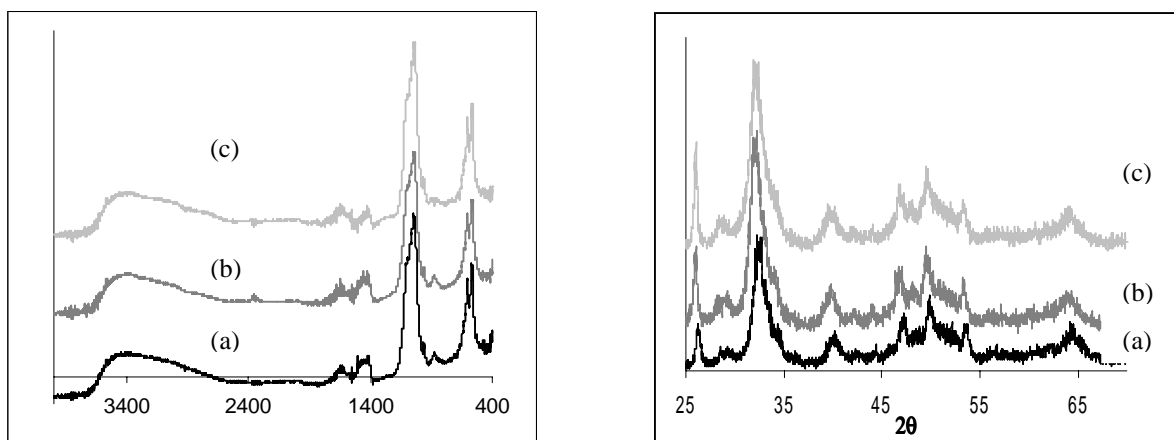
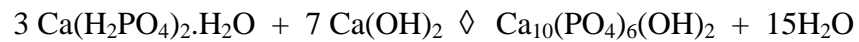


Figura 3.10: Comparação dos espectros de infravermelho e dos padrões de difração para diferentes tempos de reação (a)AMBIENTE1 (b)AMBIENTE5 (c)AMBIENTE9

Comparando os espectros das amostras obtidas para diferentes tempos de reação, observa-se que não existe desaparecimento ou surgimento de nenhum pico no difratograma de raios-X ou banda no espectro de infravermelho para diferentes tempos de reação (figura 3.10). Isso implica numa formação de apatitas de forma muito rápida e direta, sem a precipitação de fases intermediárias. Está síntese ocorre por meio de uma neutralização onde o ácido  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  reage com a base  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  para formar hidroxiapatita e água.



Reações de neutralização entre ácidos fortes e bases e fortes são as mais rápidas que se tem conhecimento, atingindo os produtos em até  $10^{-7}\text{s}^{(5)}$ . A formação de fosfatos de cálcio se dá através de reações ácido base em meio aquoso, sendo a hidroxiapatita a fase mais estável para  $\text{pH} > 4$ . Quando a reação se passa em pH acima de 8 ocorre precipitação direta de apatitas. No caso apresentado, o pH da reação, após mistura e homogeneização foi 8,8<sup>(6)</sup>. A formação rápida da hidroxiapatita, 1 minuto ou menos após a mistura dos reagentes, indica que na síntese hidrotermal conduzida neste trabalho, a reação de fato ocorre logo depois da mistura dos reagentes, fazendo do processo hidrotermal apenas uma etapa de tratamento em meio aquoso a temperaturas superiores ao ponto de ebulição da água.

### 3.2 Síntese hidrotermal – fases presentes e pureza

Os resultados das análises por difrações de raio-X das amostras que sofreram tratamento hidrotermal (HA-BB, HA-BA, HA-AB, HA-AA) são mostrados nas figuras 3.11-3.14. Os picos presentes em cada um dos difratogramas das respectivas amostras indicam a formação de uma única fase, hidroxiapatita.

As figuras 3.15 a 3.18 apresentam os espectros de infravermelho dos mesmos pós. Esses espectros, além de apresentarem os picos característicos da hidroxiapatita, conforme citado anteriormente, também apresentam bandas de absorção, C-O do grupo  $\text{CO}_3^{-2}$ , como apontado pelas setas, indicando a presença de uma pequena quantidade de hidroxiapatita carbonatada, tendo como única exceção a amostra HA-AA, onde não foram observados os picos referentes ao carbonato.

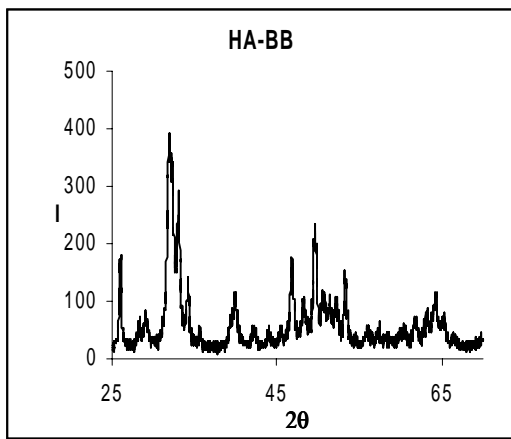


Figura 3.11: Padrão de difração de raios-X da amostra HA-BB

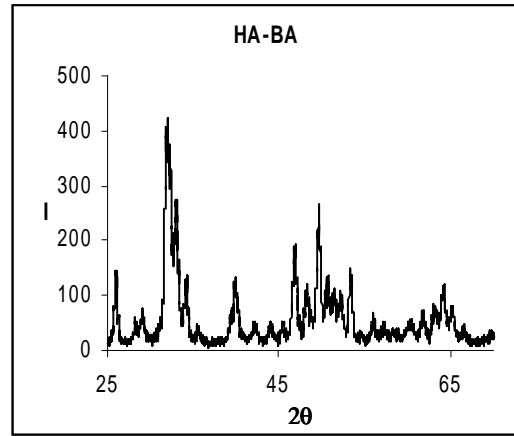


Figura 3.12: Padrão de difração de raios-X da amostra HA-BA

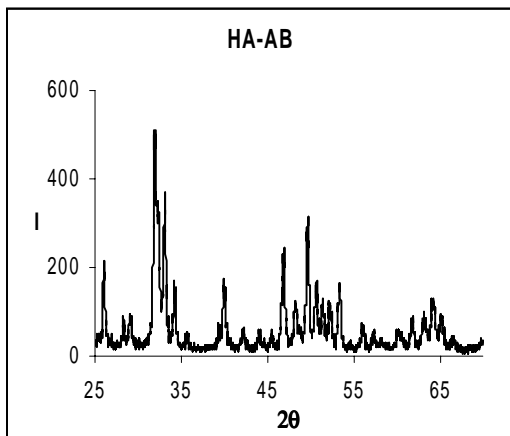


Figura 3.13: Padrão de difração de raios-X da amostra HA-AB

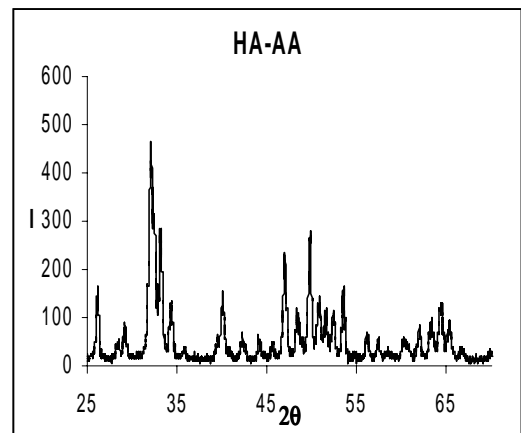


Figura 3.14: Padrão de difração de raios-X da amostra HA-AA

Conforme discutido, anteriormente, a reação para formação de HA ocorre rapidamente, logo após a mistura dos reagentes. A comparação dos espectros de raios-X e de infravermelho das amostras obtidas em condições ambientais e após tratamento hidrotérmal são similares com relação às fases presentes, isto é, observam-se picos referentes apenas a HA. O resultado da análise por fluorescência por raios-X mostrou a presença majoritária de fósforo, cálcio, oxigênio e apenas traços de alguns metais. A presença do íon carbonato também é observada nos dois casos, exceto para a amostra sintetizada em temperatura e tempo mais elevados (HA-AA). Este resultado indica que a substituição do íon carbonato na hidroxiapatita é revertida nessas condições de tratamento hidrotérmal.

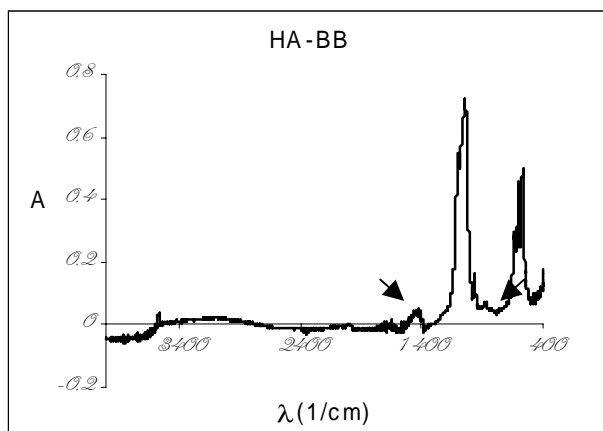


Figura 3.15: Espectro de infravermelho da amostra HA-BB

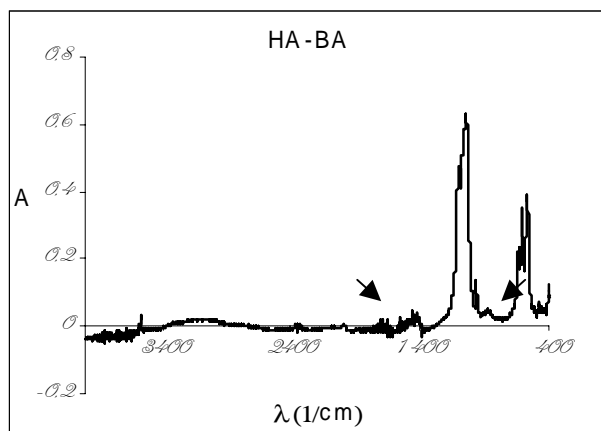


Figura 3.16: Espectro de infravermelho da amostra HA-BA

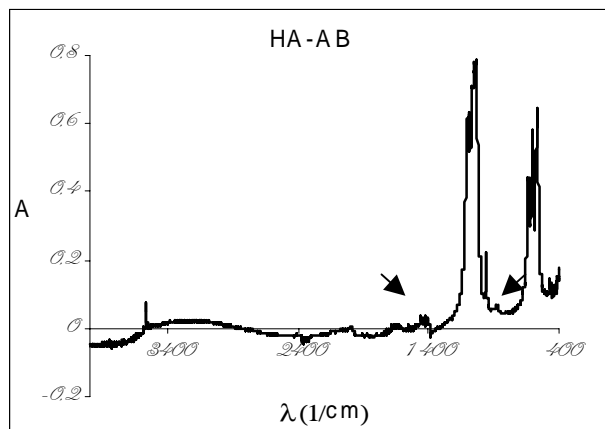


Figura 3.17: Espectro de infravermelho da amostra HA-AB

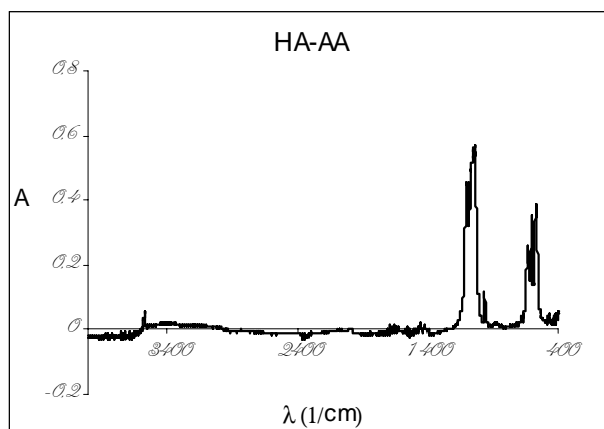


Figura 3.18: Espectro de infravermelho da amostra HA-AA

### 5.3 Síntese em atmosfera controlada

As figuras 3.19, 3.20 e 3.21 apresentam os espectros de infravermelho das amostras HA-N<sub>2</sub>, HA-85N<sub>2</sub> e AMB-N<sub>2</sub> respectivamente.

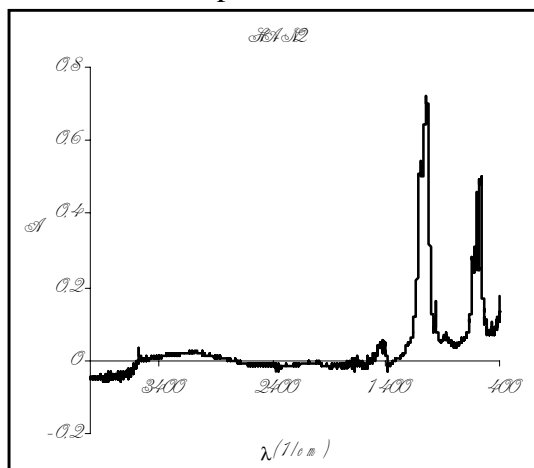


Figura 3.19: Espectro de infravermelho da amostra HA-N<sub>2</sub>

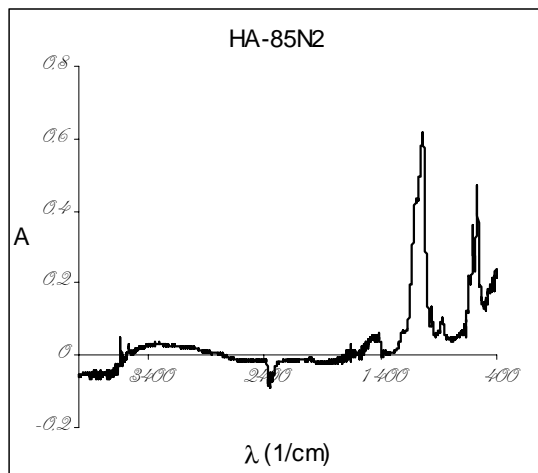


Figura 3.21: Espectro de infravermelho da amostra HA-85N<sub>2</sub>.

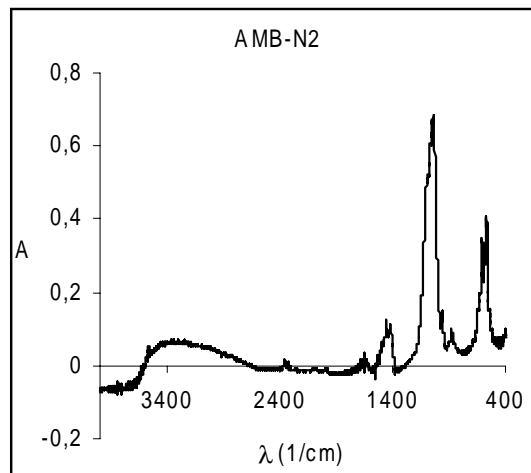


Figura 3.21: Espectro de infravermelho da amostra AMB-N<sub>2</sub>.

Analisando esses espectros, observa-se ainda a presença das bandas do  $\text{CO}_3^{-2}$ , levando a constatação de que a eliminação do  $\text{CO}_2$  atmosférico não evita a introdução do carbonato na estrutura da hidroxiapatita obtida. Uma justificativa para a presença dessas bandas, mesmo nas sínteses em atmosfera controlada é a composição do hidróxido de cálcio, que segundo especificação do fabricante, apresenta 3% de  $\text{CaCO}_3$  como impureza. Assim uma pequena quantidade de  $\text{CO}_3^{-2}$  é incorporada a estrutura da cerâmica levando à formação da hidroxiapatita carbonatada.

### 3.4 Tamanho de Partícula

A determinação do tamanho das partículas se deu por meio do uso de técnica de difração de raios-X e técnica de medida de área superficial. As figuras 3.22 e 3.23 apresentam fotomicrografias do pó HA-BB tiradas por meio de um equipamento de microscopia eletrônica de varredura com aumento de 1000 e 2000 vezes, respectivamente. Amostras obtidas em diferentes condições de síntese apresentaram aspecto similar. As fotos apresentam um perfil morfológico característico de pós finos e aglomerados, o que dificulta a determinação do tamanho das partículas por meio de microscopia eletrônica de varredura.

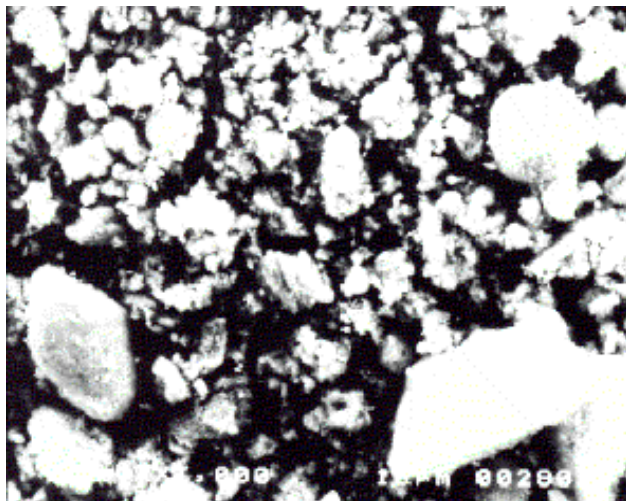


Figura 3.22: Microscopia eletrônica de varredura da amostra HA-BB com aumento de 1000X

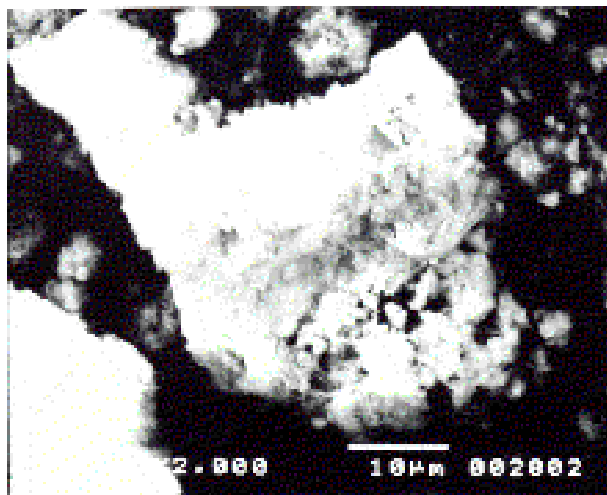


Figura 3.23: Microscopia eletrônica de varredura da amostra HA-BB com aumento de 2000X

### 3.4.1 Técnica de Difração de Raio-X

A partir da equação de Scherrer determinou-se o tamanho médio das partículas em cada uma das direções apresentadas. Na tabela III são mostrados os valores de  $D$  para cada um dos planos escolhidos e também a média aritmética desses valores para cada uma das amostras,  $D_m$ .

TABELA III – TAMANHO DAS PARTÍCULAS OBTIDO PELA FÓRMULA DE SCHERRER

Amostra	$D_{002}$ (nm)	$D_{210}$ (nm)	$D_{211}$ (nm)	$D_{300}$ (nm)	$D_m$ (nm)	$D_{002}/ D_{300}$
HÁ-BB	57,4	30,8	33,8	35,0	39,6	1,6
HÁ-BA	42,4	28,9	31,0	29,5	33,0	1.3
HÁ-AB	73,8	40,9	46,5	45,4	51,7	1.4
HÁ-AA	51,3	41,5	36,3	37,6	41,7	1.2

O tamanho médio das partículas diminuiu com o aumento do tempo de reação e aumentou com a elevação da temperatura. Isso pode ser devido a uma redistribuição de tamanho das partículas com o tratamento hidrotérmal. A razão entre as dimensões dos cristais segundo as direções (002) e (300) dá uma idéia do formato das partículas, que mostram ser alongadas.

### 3.4.2- Área superficial

Os resultados das medidas de área superficial e tamanho de partícula (obtido através da área superficial) realizadas nas amostras hidrotermais e também na AMBIENTE 90 são apresentados a seguir (TABELA IV).

TABELA IV – MEDIDAS DE ÁREA SUPERFICIAL E TAMANHO DA PARTÍCULA DAS AMOSTRAS OBTIDAS SOB DIFERENTES CONDIÇÕES DE SÍTESE

Amostra	Área Superficial (m <sup>2</sup> /g)	Tamanho de partícula (nm)
HÁ-BB	66,7	30,3
HÁ-BA	72,4	28,9
HÁ-AB	46,4	44,7
HA-AA	52,23	38,3
AMBIENTE90	124,45	16,9

As amostras apresentaram uma grande área superficial, em especial a amostra AMBIENTE90. O efeito do tempo e da temperatura no tamanho das partículas concorda com aquele observado por meio da medida do alargamento dos picos de difração, ou seja, um aumento do período de tratamento hidrotermal diminui o tamanho das partículas enquanto uma elevação na temperatura apresenta efeito contrário, sendo os valores encontrados pelas duas medidas, próximos uns dos outros.

### 3.5 Estabilidade térmica dos pós

As figuras 3.24 a 3.28 mostram as análises por difração de raios-X das amostras HA-BB, HA-BA, HA-AB, HA-AA e AMBIENTE 90, tratadas termicamente à temperatura de 1100°C por um período de 2 horas. Os picos indicados pelas setas nos difratogramas mostram a presença de  $\beta$ -TCP em todas as amostras em quantidades aproximadamente iguais, pois ao tomar a razão entre a intensidade do pico mais intenso de HA e o mais intenso de  $\beta$ -TCP, para cada uma dos pós, obtém-se valores próximos uns dos outros. A decomposição da HA pode estar associada a uma deficiência de cálcio no material.<sup>(1, 7)</sup>

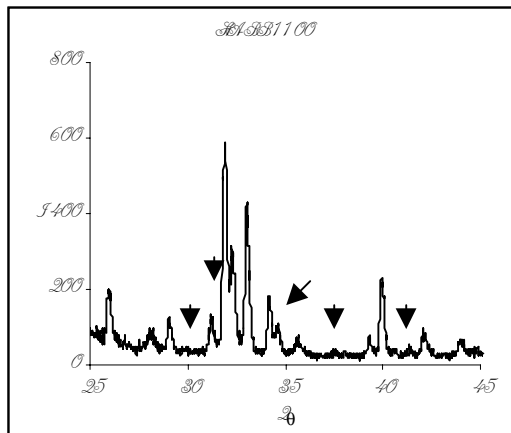


Figura 3.24: Difração de raios-X da amostra HA-BB tratada termicamente a 1100°C por um período de 2 horas

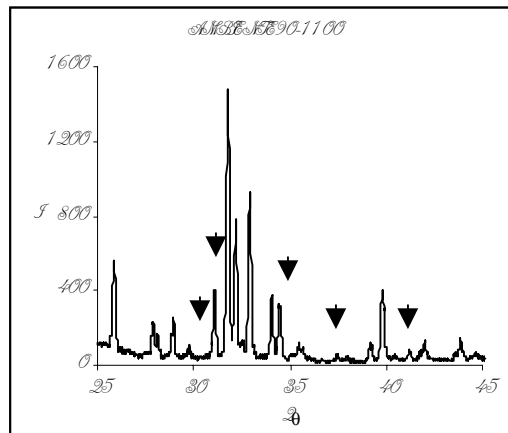


Figura 3.25: Difração de raios-X da amostra AMBIENTE90 tratada termicamente a 1100°C por um período de 2 horas

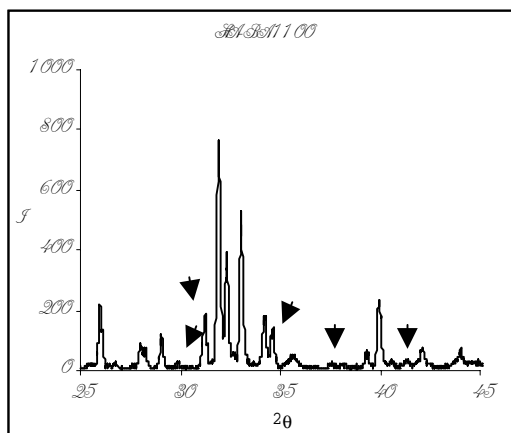


Figura 3.26: Difração de raios-X da amostra HA-BA tratada termicamente a 1100°C por um período de 2 horas

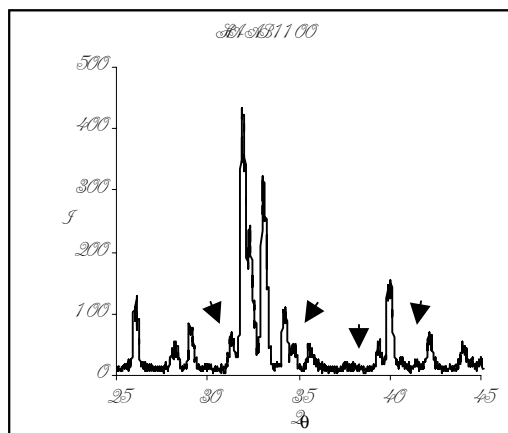


Figura 3.27: Difração de raios-X da amostra HA-AB tratada termicamente a 1100°C por um período de 2 horas

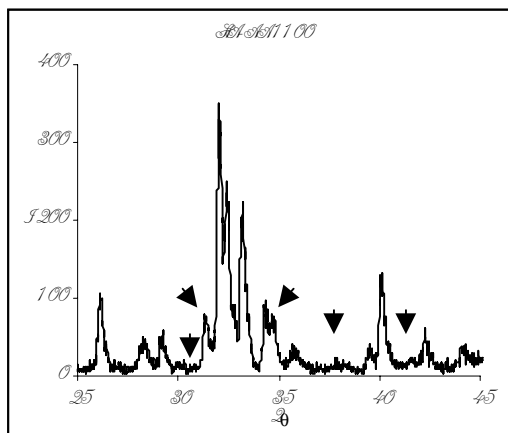


Figura 3.28: Difração de raios-X da amostra HA-AA tratada termicamente a 1100°C por um período de 2 horas



## 4 – Conclusões

A síntese de hidroxiapatita a partir da reação do hidróxido de cálcio com o fosfato de cálcio monobásico hidratado ocorre de forma rápida e de direta sem a precipitação de fases intermediárias e na temperatura ambiente. Os cristais têm dimensões nanométricas e uma alta área superficial.

O tratamento hidrotermal dos pós de hidroxiapatita obtidos a temperatura ambiente leva a uma redistribuição do tamanho das partículas e também aumenta a cristalinidade do material. O conjunto, temperatura alta (245°C) e tempo alto (4 horas), retira o íon carbonato da estrutura da HA carbonatada revertendo o processo de substituição. A estabilidade térmica dos pós não é alterada pelo tratamento hidrotermal. A síntese de hidroxiapatita, à temperatura ambiente, a partir da base  $\text{Ca(OH)}_2$  e do ácido  $\text{Ca(H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , se mostrou um caminho rápido e barato para a obtenção desta cerâmica que vem tendo seu uso crescente na área biomédica.

## 5 – Referência Bibliográfica

- (1) LEGEROS,R.Z. Calcium Phosphates in Oral Biology and Medicine. 1ª edição. Karger, 1991. Vol. 15.
- (2) BUENO,W.A. Manual de Espectroscopia Vibracional. McGraw-Hill, Ltda., 1989. 584p.
- (3) REHMAN,I., BONFIELD,W. Characterization of hydroxyapatite and carbonated apatite by photo acoustic FTIR spectroscopy. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 8, 1-4, 1997.
- (4) PENEL,G., LEROY,G., REY,C., SOMBRET,B., HUVENNE,J.P., BRES,E. Infrared and Raman microspectrometry study of fluor-fluor-hydroxy and hydroxy-apatite powders. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 8, 271-276, 1997.
- (5) QUAGLIANO,J.V. Química. Guanabara Dois S.A., 1979. 855p.
- (6) BOUDEVILLE,P., SERRAJ,S., LELOUP,J.M., MARGERIT,J., PAUVERT,B., TEROL,A. Physical properties and self-setting mechanism of calcium bis-dihydrogenophosphate monohydrate and calcium oxido. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 10, 99-109, 1999.
- (7) LIU,H.S., CHIN,L.S., CHIU,S.Y., CHUNG,K.H., CHANG,C.S., LUI,M.T. Hydroxyapatite Syntesized by a Simplified Hidrothermal Metod. *Ceramic International*, 23, 19-25, 1997