

EFEITO DA TEMPERATURA NAS PROPRIEDADES DE HIDROXIAPATITA NA- NOESTRUTURADA SINTETIZADA POR VIA ÚMIDA

LUANA RICARDO FARIAS¹; OTÁVIO BITENCOURT PACHECO²; VINICIUS PE-
REIRA DIAS²; TIAGO MORENO VOLKMER³

¹Universidade Federal de Pelotas – luana.fariasc@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – otaviopacheco2001@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – viniciusdiassvp@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – tiagovolkmer@gmail.co,

1. INTRODUÇÃO

A demanda por materiais aplicáveis na área médica, como as próteses e enxertos, são alvos de muitas pesquisas, que visam o aprimoramento e desenvolvimento desses materiais para que as aplicações finais sejam mais eficazes na melhoria da qualidade de vida do paciente (AZEVEDO, 2015).

Os materiais cerâmicos que normalmente são utilizados para reparar ou substituir as partes danificadas do corpo humano são denominados de biocerâmicos (COSTA, 2009). Entre os materiais biocerâmicos com melhor desempenho está a Hidroxiapatita (HAp), que é o principal mineral natural constituinte dos nossos dentes e ossos, com a possibilidade de até 70% da fase inorgânica ser desse fosfato de cálcio. Logo, a Hidroxiapatita mostra-se como uma boa alternativa para as aplicações biomédicas, uma vez que se apresenta como bom osteocondutor, anti-alérgico e não cancerígeno, o que garante alta biocompatibilidade desse material.

Um método bastante utilizado para obter-se hidroxiapatita é por via úmida, pois além de ser uma síntese simples e de baixo custo, fornece HAp com cristalinidade comparável ao do tecido ósseo, favorecendo a biocompatibilidade; e também, tem como resíduo final reação somente água (AFSHAR, 2013).

Diante disso, o objetivo desse trabalho é sintetizar a Hidroxiapatita em diferentes temperaturas por método via úmida para observar a influência da temperatura na morfologia e na cristalinidade desse material.

2. METODOLOGIA

Os parâmetros de síntese e de reação são mostrados na Tabela 1.

Tabela – 1 Parâmetros de síntese das amostras.

Amostra	Ca(OH) ₂	H ₃ PO ₄	Temperatura	Vazão
H04	0,5M	0,3M	4°C	2,5 mL/min
H30	0,5M	0,3M	30°C	2,5 mL/min
H50	0,5M	0,3M	50°C	2,5 mL/min
H70	0,5M	0,3M	70°C	2,5 mL/min

Para dar início a síntese, são preparadas duas soluções, uma ácida e uma básica. Com o auxílio de uma proveta mediu-se 250 mL de água destilada, para que em seguida, após pesado, fossem adicionados 9,26g de Hidróxido de Cálcio (Ca(OH)₂), gerando a primeira solução. Em seguida uma segunda solução foi feita. Mediu-se com o auxílio de uma proveta 144,9 mL de água destilada e logo adicionou-se 5,1 mL de Ácido Fosfórico (H₃PO₄), totalizando uma solução de 150 mL. A

primeira solução ficou sob aquecimento em um agitador magnético até que as temperaturas de síntese fossem atingidas. As amostras foram sintetizadas à 4°C, 30°C, 50°C e 70°C. Logo, a segunda solução contendo o Ácido Fosfórico é gotejada com uma taxa de 2,5 ml/min sob a solução básica. Dado isso obtêm-se então um líquido branco e espesso, o qual foi filtrado a vácuo e em seguida levado para a estufa onde foi seco em uma temperatura de ~60°C por 24hrs. Com isso obtemos um material branco que foi triturado em um almofariz com a finalidade de obter-se um pó. Este pó foi então calcinado em um forno tipo mufla à 600°C durante 1h.

Para a caracterização dos materiais sintetizados, as análises de difração de raios-X foram realizadas utilizando o difratômetro da marca Bruker, modelo D2 Phaser, localizado na Central Analítica da UFN. As amostras foram maceradas e dispostas no porta amostras de forma que ficassem com a superfície mais lisa possível. Foram realizadas análises no intervalo de 5° a 80°, com passo de 0,05064°/s, utilizando ânodo de Cobre ($\lambda = 0,1540562$). A análise das fases foi realizada utilizando o software DIFFRAC.EVA. Para o cálculo do tamanho de cristalito foi utilizado o site <http://www.science24.com/xrd> (Nanopowder XRD Processor Demo, 2022) o qual se utiliza da equação de Scherrer para realizar este cálculo, enquanto para o cálculo da cristalinidade (X_c) da HA se utilizou a equação 1 [Han et al, 2006], abaixo:

$$X_c = 1 - \left(\frac{V_{112/300}}{I_{300}} \right) \quad (\text{eq.1})$$

Onde X_c é a cristalinidade da HA, $V_{112/300}$ é a intensidade do vale entre os picos de difração correspondentes aos planos (112) e (300) e I_{300} é a intensidade do pico correspondente ao plano (300).

A morfologia foi analisada utilizando o microscópio eletrônico de varredura da marca JEOL, série JSM-6510, do Laboratório de Estudos Avançados em Materiais da Universidade FEEVALE e as amostras foram previamente metalizadas com ouro, utilizando o equipamento Denton Vacuum Desk V.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Segundo a análise de difratograma de raios-X (DRX), presente na Figura 1, foi possível identificar que os picos resultantes correspondem aos picos da ficha cristalográfica ICDD 09-0432, indicando a obtenção da hidroxiapatita sintética. Outra tendência que podemos observar com essa análise foi o aumento da intensidade relativa do pico de 33°, correspondente ao plano cristalino (300), que mostrou que houve uma mudança morfológica nas partículas sintetizadas. Esse resultado pode ser comprovado através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), análise responsável por verificar a morfologia dos pós obtidos.

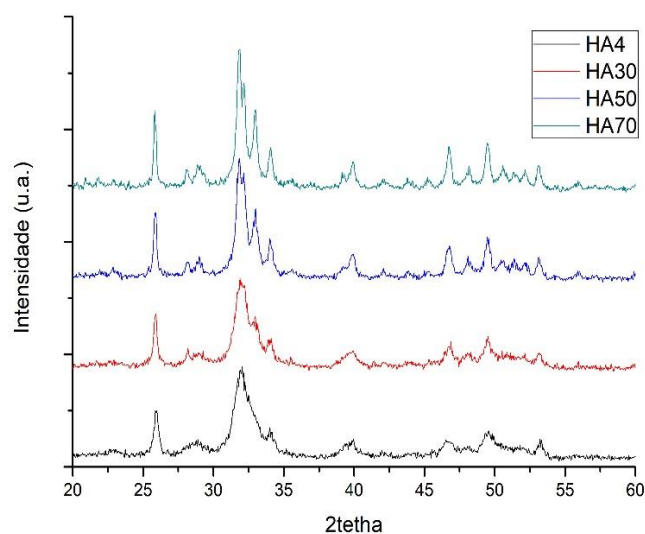


Figura 1 – Difratoograma de Raios-X das amostras de HA4; HA30; HA50 e HA70.

Na Figura 2 foi possível observar o aumento da temperatura levou a uma melhor definição das partículas, uma vez que nas amostras HA50 e HA70, as partículas apresentam formatos de “agulha”, enquanto nas amostras com temperaturas mais baixas, HA4 e HA30, o formato das partículas é mais quadrado.

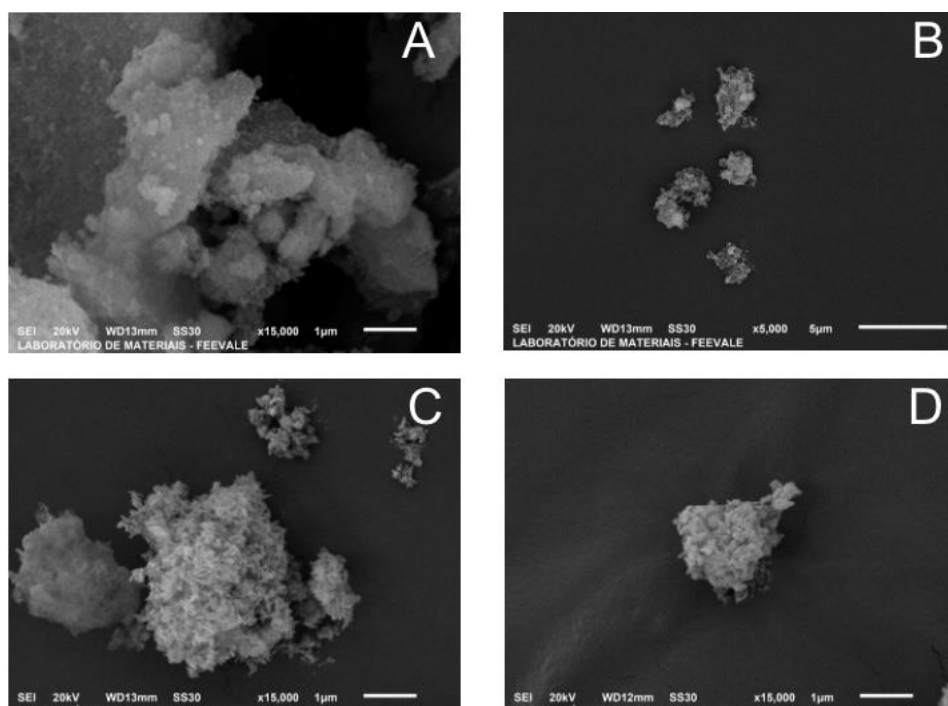


Figura 2 – Microscopia Eletrônica de Varredura das amostras: A) HA4; B) HA30; C) HA50 e D) HA70.

A Tabela 2, abaixo, mostra a cristalinidade e o tamanho de cristalito para as amostras de HA sintetizadas em diferentes temperaturas.

Tabela 2 – Cristalinidade e tamanho de cristalito.

Amostra	%Cristalinidade	Tamanho de cristalito por Scherrer (nm)
HA04	10,6	23,4
HA30	16,4	24,7
HA50	47,6	30,4
HA70	56,2	25,8

O tamanho de cristalito foi calculado se usando a equação de Scherrer pelo website Nanopowder XRD Processor Demo. <http://science24.com/xrd/> e se verificou que ele não variou significativamente com o aumento da temperatura de síntese, variando de 23,4 nm para a amostra HA4C para 30,4 nm para a amostra HA50C. Entretanto, a temperatura de síntese apresentou grande influência na cristalinidade dos materiais obtidos aumentando de 10,6% na amostra sintetizada em gelo para 56,2% na amostra sintetizada a 70°C.

4. CONCLUSÕES

Em resumo, conclui-se que a metodologia empregada para a síntese permitiu a obtenção de hidroxiapatita com um elevado grau de pureza, sendo esta a única fase obtida para todas as temperaturas. Apesar de não ter afetado significativamente o tamanho do cristalito, a cristalinidade aumentou conforme se aumentou a temperatura de síntese. O crescimento no plano cristalino (300) indicado por DRX, foi confirmado por MEV através da mudança do formato das partículas.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AZEVEDO, A.G. Efeito da temperatura em processos de sinterização de pós de hidroxiapatita. **Cerâmica**, v.61, p.52-59, 2015.

COSTA, A.C.F.M. Hidroxiapatita: Obtenção, caracterização e aplicações. **Revista Eletrônica de Materiais e processos**, v.4.3, p.29-38, 2009.

AFSHAR, A. Some important factors in the wet precipitation process of Hydroxyapatite. **Elsevier, Materials and Desing**, v.24, p.197-202, 2013.

HAN, J. Synthesis of high purity nano-sized hydroxyapatite powder by microwave-hydrothermal method. **Materials Chemistry and Physics**, v.99, p.235-239, 2006.

Nanopowder XRD Processor Demo. Acessado 01 de Agosto de 2022. Online. Disponível em: <http://science24.com/xrd/>