

# Síntese e caracterização de hidroxiapatita substituída com Si produzida pelo método de neutralização

Rafaela Gonçalves, Antonio Takimi, Carlos Pérez Bergmann

Laboratório de Materiais Cerâmicos – EE - UFRGS



## Introdução:

Devido à sua composição ser muito similar à estrutura dos tecidos ósseos dos mamíferos -  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  -, a hidroxiapatita (HAP) possui grande importância em aplicações biomédicas, em ortopedia e odontologia. Por ser um material não tóxico, totalmente biocompatível e osteocondutor, pode ser usado na forma de revestimentos sobre implantes metálicos, enxertos ósseos e cirurgias ortopédicas e odontológicas para preenchimento, por exemplo.

Estudos recentes mostram que a substituição de uma parte dos ânions  $\text{PO}_4^{3-}$  por  $\text{SiO}_4^{4-}$  promove significativa melhora na capacidade de osseointegração da hidroxiapatita substituída com Si junto aos tecidos duros, sendo esta uma excelente alternativa à hidroxiapatita convencional.

O objetivo deste trabalho é estudar o mecanismo e os efeitos da incorporação de Si à HAP, através do método da neutralização.

## Procedimento Experimental:

A hidroxiapatita foi sintetizada através do método da neutralização, onde uma suspensão de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  é neutralizada através da adição de uma solução ácida de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  contendo os íons  $\text{SiO}_4^{4-}$  oriundas da hidrólise do ortosilicato de tetraetila (TEOS), respeitando-se a razão estequiométrica de  $10\text{Ca}/6(\text{P}+\text{Si})$ . Gás  $\text{N}_2$  é purgado dentro do reator durante a síntese para evitar a presença de  $\text{CO}_2$ .

Concentração dos reagentes, velocidade da adição e temperatura da reação são variáveis que tem grande influência nas características finais do precipitado de HAP.

As concentrações utilizadas foram as citadas na Tabela 1 abaixo.

Tabela 1 – Concentração das soluções empregadas

	$[\text{Ca}(\text{OH})_2]$	$[\text{H}_3\text{PO}_4]$	$[\text{SiO}_4^{4-}]$
HA	0,50 mol/L	0,50 mol/L	---
$\text{Si}_{0,4}\text{HA}$	0,50 mol/L	0,46 mol/L	0,4 mol/L
$\text{Si}_{0,8}\text{HA}$	0,50 mol/L	0,42 mol/L	0,8 mol/L

Cada reação foi reproduzida a  $80^\circ\text{C}$  e  $25^\circ\text{C}$ , e com taxas de adição de 2mL/min e 8mL/min.

Após envelhecimento durante 24h, as amostras foram caracterizadas através das seguintes técnicas.

**Difração de raios X (DRX)** – avaliar a presença de fases cristalinas e alterações estruturais na HAP devido ao Si.

**Análise termogravimétrica (ATG)** – avaliar a decomposição térmica dos compostos presentes nas amostras.

**Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)** – avaliar os grupos funcionais presentes nas amostras.

## Resultados e Discussões

As amostras de HAP padrão, sintetizada sem adição de Si, apresenta uma única fase cristalina (hidroxiapatita).

A adição de  $\text{SiO}_4^{4-}$  com concentração de 0,4mol/L a uma taxa de 2ml/min ocasionou uma reação de neutralização incompleta, onde observa-se a presença de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (pico em  $18,1^\circ$  na Figura 1).  $\text{CaCO}_3$  também está presente nestas amostras (pico em  $29,5^\circ$ ), formada pela carbonatação da solução durante a síntese. O espectro de FTIR (Figura 2) e a análise termogravimétrica (Figura 3) corroboram com esta hipótese, pois mostram a presença de bandas associados a  $\text{CO}_3^{2-}$  e perda de massa na faixa de temperaturas entre 600 e  $700^\circ\text{C}$ .

Figura 1 – Análise de DRX de amostras antes e depois da calcinação

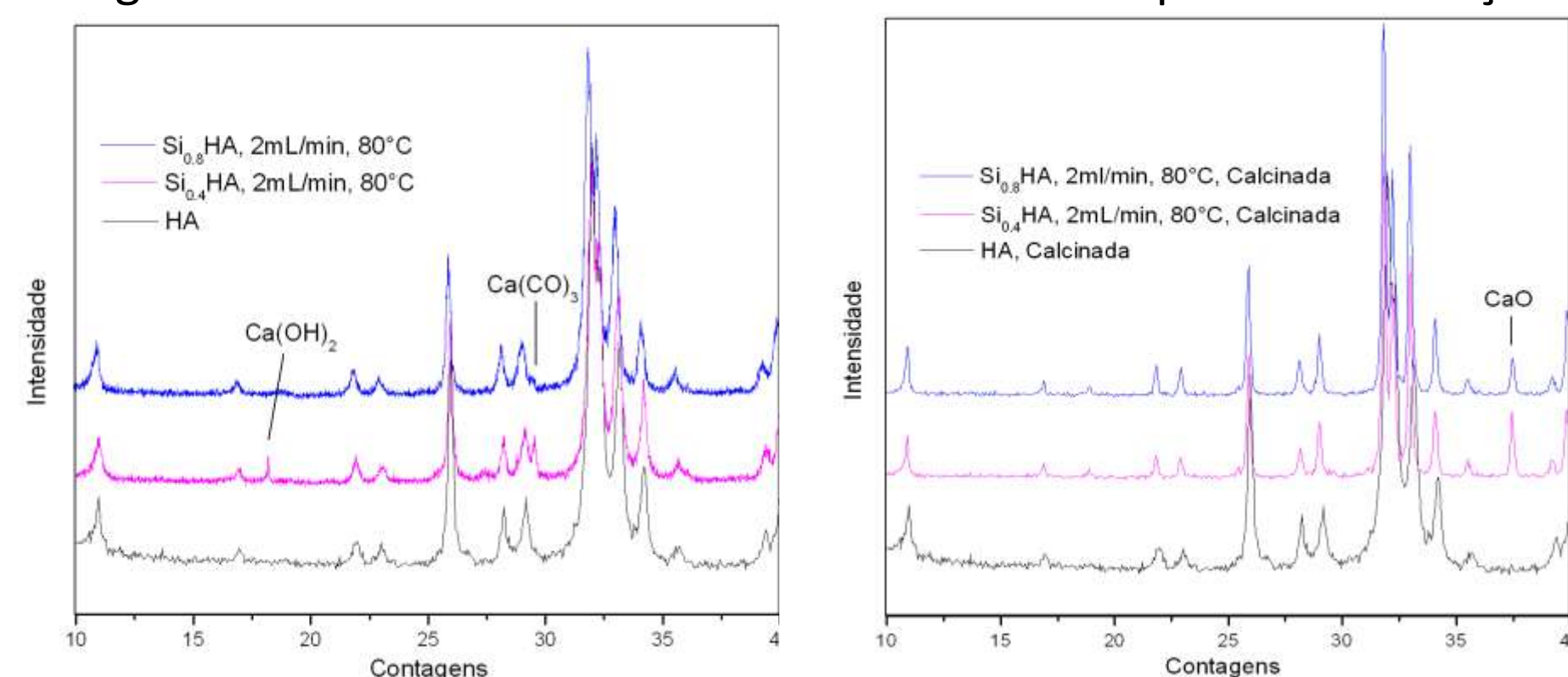


Figura 2 – FTIR

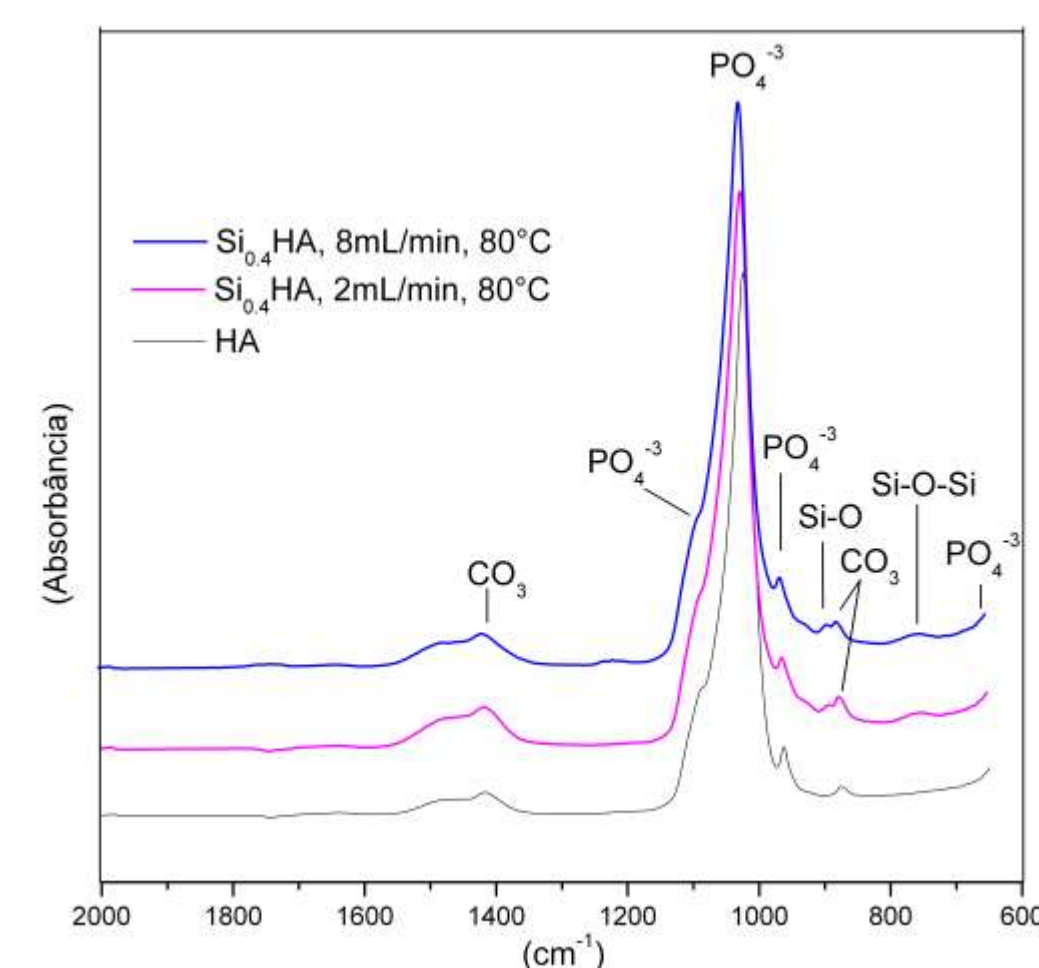
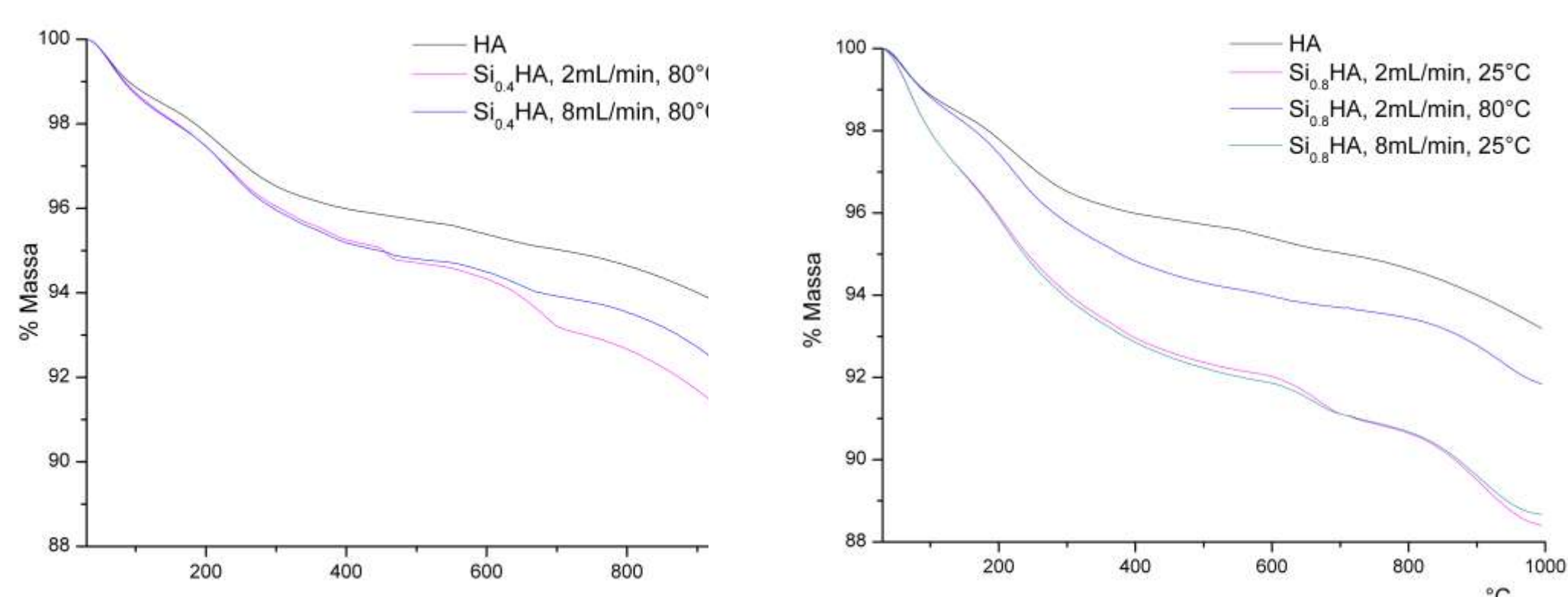


Figura 3 – ATG



Quando a adição de  $\text{SiO}_4^{4-}$  foi realizada a uma taxa de 8ml/min, a única fase detectada é a hidroxiapatita (Figura X). Através do FTIR e do TGA não são observadas evidências da presença de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Porém, observa-se uma pequena quantidade de  $\text{CaCO}_3$ , muito inferior ao das amostras precipitadas a 2ml/min.

Após a calcinação das amostras a  $1000^\circ\text{C}$  por 15 horas, as amostras que possuíam  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  apresentam duas fases: HAP substituída com Si e CaO. As demais amostras apresentaram apenas hidroxiapatita substituída com Si como fase cristalina.

## Conclusões

Foi possível a obtenção de hidroxiapatita substituída por Si através do método de neutralização, empregando soluções de 0,4mol/L e 0,8mol/L. As amostras sintetizadas apresentaram carbonatação devido ao  $\text{CO}_2$  da atmosfera.

Quando a adição foi realizada de forma lenta (2ml/min), a reação de neutralização não foi completa, onde se observa a presença de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  nas amostras.

## Trabalhos Futuros

Avaliar teores de Si maiores do que 0,8mol/L

Otimizar reator para evitar carbonatação da HAP

Empregar refinamento Rietveld para quantificar o teor Si substituinte na estrutura da HAP