

Uso da DRX no estudo da cinética de sinterização da hidroxiapatita carbonatada a partir de cristais nanométricos

L. R. Reis^a; M. Mir^a; F. L. Pissetti^a; E. L. Moreira^b; A. M. Rossi^b; Y. P. Mascarenhas^c.

^aDepartamento de ciências exatas, Unifal-MG, Alfenas, Brasil.

^bGrupo de materiais biocerâmicos, CBPF, Rio de Janeiro, Brasil.

^cIFSC, USP, São Carlos, Brasil

Devido a sua elevada biocompatibilidade e osteointegração, as hidroxiapatitas (HAP) são muito utilizadas em implantes e próteses como substituto do osso humano. Suas propriedades químicas, físicas e biológicas estão fortemente relacionadas à estrutura cristalina e ao arranjo dos átomos na molécula. Além disso, dependendo da rota de síntese utilizada na sua obtenção, podem-se obter uma grande variedade de biocerâmicas com características e propriedades distintas que determinam o comportamento biológico do material, as quais ainda não tem sido completamente exploradas.

Para estudar a cinética da sinterização, a hidroxiapatita carbonatada (HAC) nanoestrutural ($\text{Ca}_{10-x/2}[(\text{PO}_4)_{6-x}(\text{CO}_3)_x][(\text{OH})_{2-2y}(\text{CO}_3)_y][1]$) foi aquecida por vários períodos de tempo a 500 °C até obter a máxima cristalização. Para a caracterização foram utilizadas as técnicas de difração de raios X (DRX), análise térmica (AT) e espectroscopia no infravermelho (IV).

Os difratogramas de DRX apresentados na figura 1 mostram o aumento da estrutura cristalina com o tempo. As amostras são denominadas como HACxH onde x representa o tempo de permanência na temperatura. Para decidir o grupo espacial (GE) e a estrutura que mais justificasse a amostra, foram realizados cálculos estatísticos[2]. Os refinamentos dos difratogramas foram feitos pelo método de Rietveld, utilizando o programa Fullprof[3].

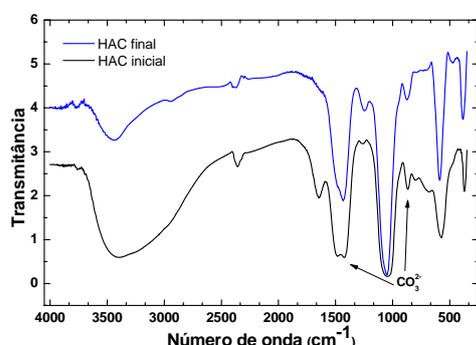


Figura 2: Espectro da HAC inicial (sem tratamento térmico) e final (após tratada termicamente por 13 horas).

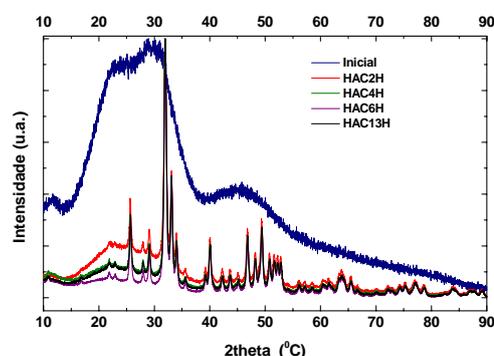


Figura 1: Difratogramas de DRX da HAC inicial e tratada por 2, 4, 6 e 13 horas.

Através do IV (fig. 2) foi possível observar as bandas correspondentes às vibrações moleculares relacionadas ao CO_3^{2-} devido à substituição iônica na estrutura. Após o tratamento térmico, foram observadas a perda do CO_3^{2-} não estrutural e a mudança da banda da água. As medidas de AT mostraram que a temperatura de cristalização final da HAC diminuiu de 1050 °C para a amostra inicial a 800 °C para a amostra tratada termicamente por 13 horas.

Para a HAP com 13% de carbonato, os resultados de DRX mostraram que a máxima cristalização foi obtida após 6 horas de tratamento térmico e o cálculo estatístico pelo método de Hamilton foi utilizado para obter o grupo espacial mais provável.

[1] Suetsugu, Y.; Takahashi, Y.; Okamura, F. P. e Tanaka, J. J. *Solid State Chem.*, **155**, 292 (2000).

[2] Hamilton, W. C. *Acta Crystallogr.*, **18**, 502 (1965).

[3] <http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/fullprof/php/reference.html>

Agradecimentos: Unifal-MG; CNPq; Fapemig; CBPF; IFSC-USP.