

# 01 - SÍNTESE DE HIDROXIAPATITA PELO MÉTODO SOL-GEL UTILIZANDO EM DIFERENTES MEIOS

<http://gmga.com.br/01-sintese-de-hidroxiapatita-pelo-metodo-sol-gel-utilizando-em-diferentes-meios/>



[10.31419/ISSN.2594-942X.v52018i1a1FMP](https://doi.org/10.31419/ISSN.2594-942X.v52018i1a1FMP)

PRAXEDES, Fernanda Malato<sup>1</sup>; LUZ, Patrícia Teresa Souza<sup>2</sup>; TEIXEIRA, Jean Valdir Uchoa<sup>3</sup>;  
CHOQUE FERNANDEZ, Oscar Jesus<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Instituto Federal do Pará , IFPA-Campus Belém, Graduada Engenharia de Materiais,  
[fmpraxedes@gmail.com](mailto:fmpraxedes@gmail.com)

<sup>2</sup> Instituto Federal do Pará , IFPA-Campus Belém Profa. Dra., Mestrado Profissional em Engenharia de  
Materiais-PPGEMAT, [patricia.luz@ifpa.edu.br](mailto:patricia.luz@ifpa.edu.br)

<sup>3</sup> Instituto Federal do Pará , IFPA-Campus Belém, Discente, Engenharia de Materiais,  
[jvuteixeira@gmail.com](mailto:jvuteixeira@gmail.com)

<sup>4</sup> Instituto Federal do Pará , IFPA-Campus Belém Prof. Dr., Curso Técnico em Metalurgia/Engenharia de  
Materiais, [oscar.fernandez@ifpa.edu.br](mailto:oscar.fernandez@ifpa.edu.br)

## ABSTRACT

Studies try to develop methods capable to produce hydroxyapatite, an important bioceramic, however the advance in these researches depends of the control on the synthesis parameters, such as pH, temperature and solvents. This study aims to produce hydroxyapatite by an alternative route using different solvents. To this end, was applied the sol-gel method using solutions of calcium nitrate and phosphoric acid in different concentrations of water and methanol. After synthesis, the material obtained was directed for the X-ray diffraction, for identification of phases, scanning electron microscopy for morphological analyze, and energy dispersive X-ray spectrometry for chemical characterization. Hydroxyapatite was obtained in the synthesis with 50% water in methanol and 100% methanol, in these cases was observed the presence of impurities of calcium oxide.

**Keywords:** bioceramic, solvents, concentrations, morphology

## INTRODUÇÃO

A interação entre o tecido celular e implantes é um fator de importância para o sucesso do implante de uma prótese, sendo necessário que se façam estudos sobre os fatores que promovem uma boa osteointegração. As biocerâmicas são extensamente estudadas na área biomédica pois apresentam propriedades interessantes quanto à resposta biológica e morfológica que o material promove em contato com o tecido humano, e entre as principais cerâmicas utilizadas como biomaterial está a hidroxiapatita (HAp),  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , constituinte natural de ossos e dentes (Valente 1999). Sua síntese pode ser realizada por processo sol-gel através de reagentes alternativos como o nitrato de cálcio e o ácido fosfórico (Santos 2005), e esta forma de síntese permite sua fácil deposição em substratos por métodos de mergulho, como o *spin coating* (Avés 2008) sendo assim estudada também para revestir materiais com propriedades morfológicas inadequadas. O método sol-gel é uma rota sensível às variáveis do processo, como por exemplo o pH e temperatura da solução, além dos solventes utilizados, de forma que variações nestes parâmetros levam à produtos com propriedades morfológicas diferentes. Em estudo recente Nazeer *et al* (2017), identificou que o uso de diferentes solventes auxilia no controle e formação de diferentes fases de fosfato de cálcio, as quais apresentam diferentes e específicas atividades celulares. Zupanski *et al* (2010) também constatou que o tempo e temperatura da etapa de envelhecimento afetam a pureza do material obtido. Em função disto esta tem como objetivo pois observar a influência dos solventes na obtenção de hidroxiapatita.

## MATERIAIS E MÉTODOS

A fim de observar a influência do solvente na obtenção de hidroxiapatita, três processos se sucederam utilizando água e metanol como solventes, em proporções de 100% de água (S1), 50% de água e 50% de metanol (S2) e 100% de metanol (S3). Para as sínteses, soluções de Nitrato de Cálcio ( $\text{CaNO}_4$ ) e Ácido Fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) foram preparadas de forma a obedecer a razão Ca:P=1,67, sendo cada uma individualmente agitada durante 30 minutos. Posterior a isto, a solução de nitrato de cálcio foi incorporada lentamente à solução de ácido fosfórico e a mistura agitada por 30 minutos, onde ao término desta etapa a solução foi envelhecida por 24 horas à temperatura ambiente. Após o envelhecimento a solução foi direcionada para evaporação do solvente em agitação durante 6 horas à 80°C e em seguida para pré-secagem à 110°C em estufa durante 42 horas. As amostras foram então direcionadas para calcinação à 700°C durante 2 horas a uma taxa de 10°C/min. O material obtido foi caracterizado por Difração de Raios-X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e *Spectrometria de Energia Dispersiva* de Raios-X (EDS).

## RESULTADOS

Os difratogramas obtidos após análises de difração do produto de cada síntese, bem como o padrão

esperado para compostos  $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$ , estão dispostos na figura 1.

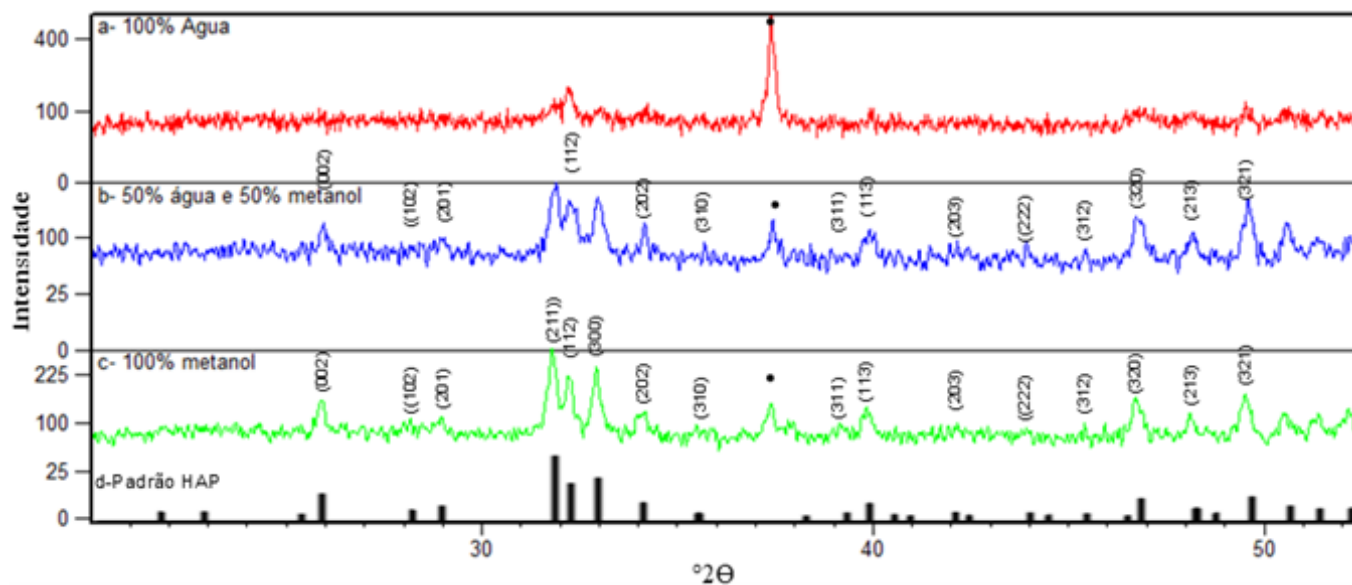


Figura 1 – Difratoograma do pó obtido após síntese utilizando solvente com: a-100% de água; b-50% de água e 50% de metanol; c-100% de metanol; d- Padrão adaptado de Brito et al, 2011; • Pico de Óxido de Cálcio (CaO).

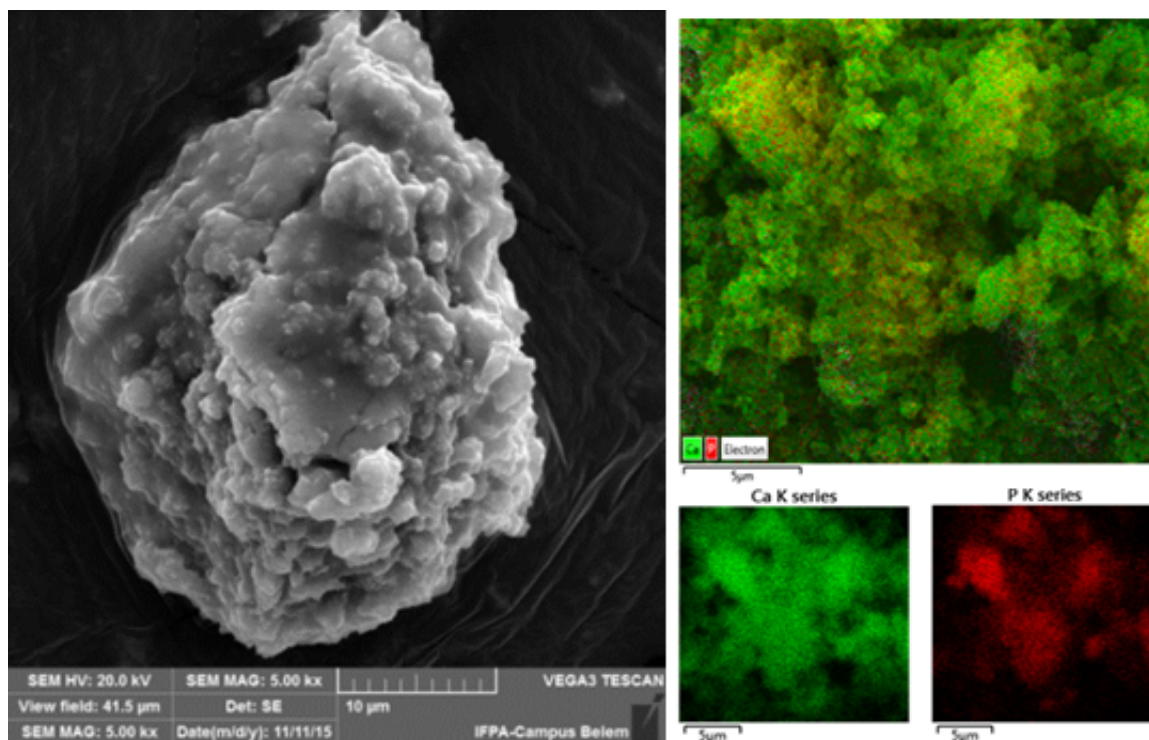


Figura 2 - Microscopia eletrônica de varredura do pó obtido na síntese S1 (à esquerda) e mapa de composição (à

direita). As cores verde e vermelho representam respectivamente cálcio e fósforo.

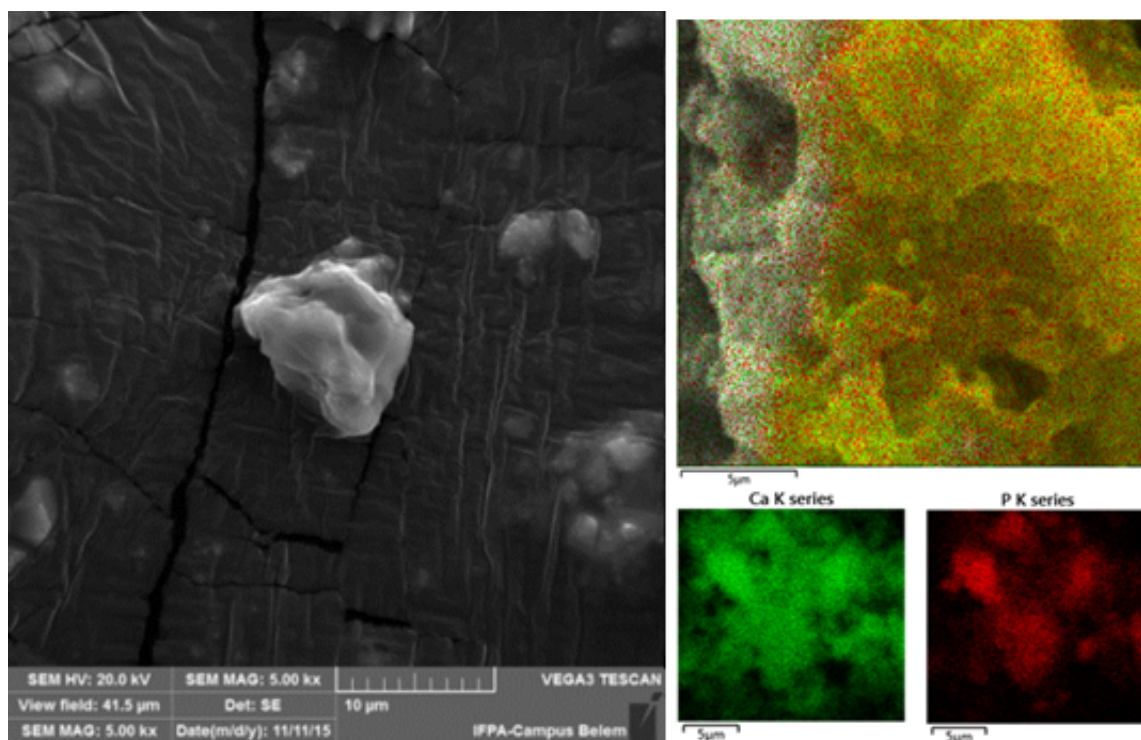


Figura 3 -  
Microscopia eletrônica de varredura do pó obtido na síntese S2 (à esquerda) e mapa de composição (à direita). As cores verde e vermelho representam respectivamente cálcio e fósforo.

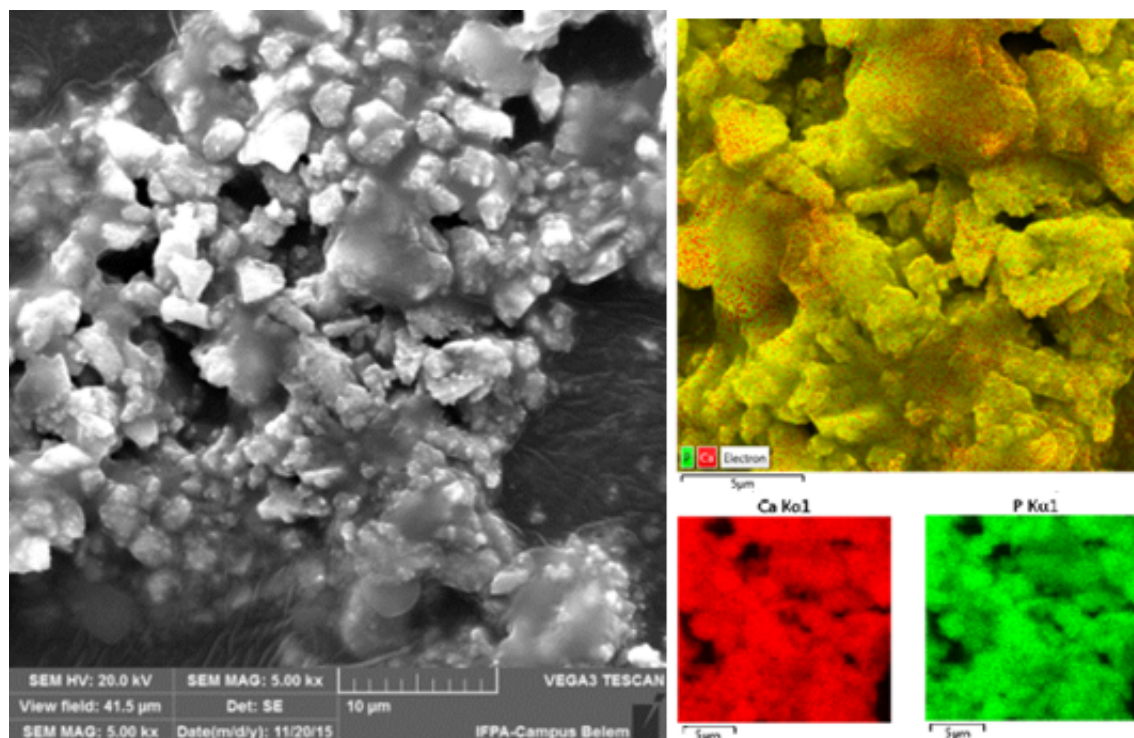


Figura 4 -

Microscopia eletrônica de varredura do pó obtido na síntese S3 (à esquerda) e mapa de composição (à direita). As cores verde e vermelho representam respectivamente fósforo e cálcio

## DISCUSSÕES

O uso de água torna o processo de síntese mais lento devido a necessidade de se aumentar o tempo de pré-secagem para formação do gel. Os resultados obtidos na difração de raios-X (Figura 1) nos permitem observar que a síntese S1 não foi eficaz para a produção de Hidroxiapatita, uma vez que os picos identificados são de óxido de cálcio e de uma parcela de fosfato de cálcio. As sínteses S2 e S3 apresentaram os picos de hidroxiapatita e ainda de óxido de cálcio. A formação de óxido de cálcio se dá pelo desbalanceamento de íons de cálcio e fósforo que ao fugir da razão de Ca:P=1,67, forma uma hidroxiapatita não estequiométrica, ocorrendo assim a presença de impurezas como o óxido de cálcio e fosfatos de cálcio conforme observado em estudos anteriores (Azevedo *et al*, 2014).

As imagens obtidas em microscopia eletrônica de varredura (figuras 2, 3 e 4) nos permitem observar que os produtos da síntese S1 e S3, são formados por partículas que se encontram aglomeradas, o que gera poros submicrométricos desejáveis à aplicação como biomaterial (Santos, 2005). As análises de EDS indicam uma dispersão de cálcio e fósforo nas amostras, e apontando razões Ca:P de 1,5 para S2 e 1,66 para S3.

## CONCLUSÃO



Conforme observado, a síntese em água não foi eficiente na produção de HAp, o que pode ser entendido por uma hidrólise malsucedida. As sínteses S2 e S3 por sua vez possibilitaram a obtenção de hidroxiapatita, no entanto o processo de secagem torna-se mais lento na presença de água quando utilizadas as condições descritas neste trabalho.

## REFERÊNCIAS

Avés, E. P., Galván, J. C., Lima, I. R., Granjeiro, J. M., Bastos, I. N., Soares, G. D. 2008. Recobrimento da liga Ti-6Al-4V com hidroxiapatita pelo método sol-gel e sua aplicação a hastas femorais não-cimentadas. *Cerâmica*, 54: 476-479.

Azevedo A.G.S., Strecker, K., Araújo Júnior, A.G. 2014. Avaliação da influência da razão Ca/P nos valores de cristalinidade e crescimento de cristais durante a sinterização de pós de hidroxiapatita. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, 9: 125–129.

Brito, N. S, Lima, T., Lima, A., Nunes, R., Valério, M. 2011. Processo de síntese de cristais de Hidroxiapatita dopada com  $\text{Cr}^{+3}$  e  $\text{Zn}^{+2}$  em diferentes concentrações. *Scientia Plena*, 7:094801.

Nazeer, M.A., Yilgor, E., Yagci, M.B., Unal, U., Yilgor, I. 2017. Effect of reaction solvent on hydroxyapatite synthesis in sol–gel process. *Royal Society of Chemistry*, 4: 171098.

Santos, M. L., Florentino, A. O., Saeki, M. J., Aparecida, A. H., Fook, M. V. Lia, Guastaldi, A. C. 2005. Síntese de hidroxiapatita pelo método sol-gel utilizando precursores alternativos: nitrato de cálcio e ácido fosfórico. *Eclética Química*, 30: 29-35.

Valente, M de C. 1999. Síntese de hidroxiapatita e sua aplicação como biomaterial. PhD Thesis, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 120p.

Zupanski, M.D., Lucena, M.P.P., Bergmann, C.P. 2010. Síntese de Hidroxiapatita via sol-gel. 18° Brazilian Materials Science and Engineering Congress. Campos do Jordão, p. 37-45.



[10.31419/ISSN.2594-942X.v52018i1a1FMP](https://doi.org/10.31419/ISSN.2594-942X.v52018i1a1FMP)