

## **CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E MORFOLÓGICA DA HIDROXIAPATITA OBTIDA POR VIA ÚMIDA**

Cristiana Vieira de Souza, [cris\\_vsouza@hotmail.com](mailto:cris_vsouza@hotmail.com)<sup>1</sup>  
Marcelino Guedes Lima, [marcelino.lima@hotmail.com](mailto:marcelino.lima@hotmail.com)<sup>1</sup>  
Elvia Leal, [elvialeal@gmail.com](mailto:elvialeal@gmail.com)<sup>1</sup>  
Marcelo de Sá, [mjcdesa@ufcg.edu.br](mailto:mjcdesa@ufcg.edu.br)<sup>2</sup>  
Elíria Maria de Jesus Agnolon Pallone, [eliria@usp.br](mailto:eliria@usp.br)<sup>3</sup>  
Ruth Herta Goldshimidt Aliaga Kiminami, [ruth@power.ufscar.br](mailto:ruth@power.ufscar.br)<sup>4</sup>  
Ana Cristina Figueiredo Melo Costa, [ana Cristina@dema.ufcg.edu.br](mailto:ana Cristina@dema.ufcg.edu.br)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande, Av. Aprígio Veloso, 882, Bodocongó, 58109-970, Campina Grande – PB, Brasil.

<sup>2</sup>Unidade Acadêmica de Medicina Veterinária - Universidade Federal de Campina Grande, Rod. Patos – Teixeira, Km Zero, Jatobá, 58700-970, Pa tos – PB, Brasil.

<sup>3</sup>Departamento de Ciências Básicas – Universidade de São Paulo, Av. Duque de Caxias Norte, 225, Jd. Elite, 13635970, Pirassununga – SP, Brasil.

<sup>4</sup>Departamento de Engenharia de Materiais – Universidade Federal de São Carlos, Rod. Washington Luiz, km 235, 13565-905, São Carlos – SP, Brasil.

**Resumo:** *Dentre os fosfatos de cálcio empregados na área biomédica, a hidroxiapatita tem sido o composto mais estudado devido à semelhança à fase mineral do osso humano. Entretanto, existe uma grande dificuldade no controle da relação Ca/P deste composto, pois este parâmetro depende das condições empregadas nas etapas de síntese e processamento cerâmico. A hidroxiapatita precipitada por via úmida possui características similares às do tecido ósseo e dentário, diferente da hidroxiapatita sintetizada a altas temperaturas. Sendo assim, este trabalho visou obter a hidroxiapatita, com razão Ca/P=1,67, pela técnica via úmida entre soluções de ácido fosfórico e hidróxido de cálcio calcinado a 900°C/120 min, e sua caracterização estrutural e morfológica. O pó cerâmico obtido foi caracterizado por difração de raios X (DRX), infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), distribuição granulométrica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O espectro de raios X mostrou a formação da fase cristalina do pirofosfato de cálcio ( $\beta$ -Ca<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) como fase majoritária, e das fases da hidroxiapatita [Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>] e do fosfato tetracálcio [Ca<sub>4</sub>O(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] como fases secundárias. O espectro de infravermelho mostrou as vibrações características dos fosfatos de cálcio. Foi observada uma distribuição de aglomerados monomodal, com tamanho mediano de 6,14  $\mu$ m, e morfologia de aspecto espumoso de fácil desaglomeração.*

**Palavras-chave:** *fosfatos de cálcio, hidroxiapatita, precipitação, caracterização.*

### **1. INTRODUÇÃO**

As biocerâmicas têm merecido lugar de destaque entre os materiais com aplicação biomédica, em especial para aplicações em implantes ósseos, por existir uma vasta gama de cerâmicas compatíveis com este tipo de aplicação. No que se refere à utilização em implantes ósseos (substituição óssea, enxerto ou recobrimento de próteses metálicas) as cerâmicas a base de fosfatos de cálcio são as mais estudadas, por apresentarem uma alta biocompatibilidade, ausência de toxicidade local ou sistêmica e uma capacidade de ligar-se ao tecido hospedeiro (cerâmica bioativa) ou ser absorvida pelo tecido vivo (cerâmica bioabsorvível) (Fook, 2005 e Thamaraiselvi & Rajeswari, 2004). A destacada biocompatibilidade destas cerâmicas deve-se ao fato delas possuírem os mesmos constituintes básicos presentes na fase mineral dos ossos, que são formados majoritariamente de fósforo e cálcio (Oréfica, 2006). Em geral, os fosfatos de cálcio ocorrem em calcificações normais e patológicas, o que têm despertado um interesse significativo no uso destes compostos como materiais de partida para obtenção de biomateriais (Ando, 1958).

Costuma-se classificar os diversos fosfatos de cálcio pela sua razão molar Ca/P. Desta forma, os fosfatos de cálcio que possuem uma relação Ca/P variando de 0,5 a 2,0 podem ser sintetizados pela precipitação a partir de soluções contendo íons cálcio e fosfato, sob condições alcalinas ou ácidas (Ando, 1958 e Legeros, 1991). A Tabela (1) a seguir apresenta os principais fosfatos de cálcio de relevância biológica.

Tabela 1. Principais fosfatos de cálcio.

| Nome  | Fórmula Química  | Observação   |
|---|--|--|
| Fosfato de octacálcio (OCP)                         | $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | Denominado também como fosfato de cálcio penta hidratado                     |
| Mono-hidrogeno fosfato de cálcio dihidratado (DCPD) | $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$                       | Fase mineral denominada brushita   |
| Mono-hidrogeno fosfato de cálcio anidro (DCPA)      | $\text{CaHPO}_4$   | Fase mineral denominada minetita   |
| Fosfato tetracálcio (TeCP)                          | $\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$                             | Denominado também como tetrafosfato de cálcio                                |
| Fosfato tricálcio (TCP)                             | $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$                                     | Apresenta três fases polimórficas  |
| Hidroxiapatita (HAp)                                | $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$                     | Pode ser estequiométrica ou não  |
| Apatita carbonatada (ACP)                           | $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{CO}_3$                       | Pode ocorrer substituição dos íons $\text{PO}_4^{3-}$ por $\text{CO}_3^{2-}$ |
| Pirofosfato de cálcio (CPP)                         | $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$                                | Apresenta três fases polimórficas  |

Fonte: Ambrosio et al., 1991.

Dentre as cerâmicas de fosfato de cálcio, a hidroxiapatita é a mais difundida. Esta cerâmica é termodinamicamente estável em pH fisiológico e participa ativamente das ligações ósseas, formando forte ligação química com o tecido ósseo (Rossi et al., 2000). A hidroxiapatita [ $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ] é um material bioativo, principalmente pelo fato da sua razão cálcio/fósforo (Ca/P) ser quimicamente semelhante a do tecido ósseo natural e a dos dentes. Esta característica o torna de particular importância no campo dos biomateriais, sendo utilizado na forma de material sinterizado denso ou particulado, como material para recobrimento de implantes metálicos e na produção de biocompósitos (Cao & Hench, 1996 e Le Geros, 1991). Contudo, as propriedades mecânicas da hidroxiapatita sinterizada dependem do tamanho, forma e distribuição das partículas, além da formação dos aglomerados, pois estes influenciam de forma direta no processo de densificação (sinterização do material com retração). Além disso, a temperatura e a atmosfera de sinterização afetam a resistência mecânica da hidroxiapatita, já que uma temperatura muito elevada pode eliminar o grupo funcional OH e, conseqüentemente, levar à decomposição da hidroxiapatita em outros fosfatos de cálcio (Muralithram & Ramesh, 2000; Slavica et al., 2001 e Hoepfner & Case, 2003).

Com exceção do pirofosfato de cálcio ( $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ), a maioria dos fosfatos de cálcio está presente in vivo na forma de ortofosfatos de cálcio. Os ortofosfatos de cálcio são sais de ácido fosfórico tribásico  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , e assim podem formar compostos que contêm os íons  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$  ou  $\text{PO}_4^{3-}$  (Elliott, 1994). Os fosfatos que contêm os íons  $\text{HPO}_4^{2-}$  e  $\text{PO}_4^{3-}$ , geralmente, constituem os fosfatos de cálcio biologicamente importantes (ocorrem na fase mineral de ossos e dentes e também em várias calcificações patológicas), enquanto que aqueles apenas com íons  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  normalmente não são encontrados em condições fisiológicas, mas são comercialmente importantes como componentes em fertilizantes. O pirofosfato de cálcio é considerado um fosfato condensado ou polimérico, obtido por condensação e polimerização dos grupos  $\text{PO}_4^{3-}$  (Silva, 2006).

A síntese dos fosfatos de cálcio envolve vários métodos, como precipitações em soluções aquosas (via úmida), reações no estado sólido (via seca), métodos hidrotérmicos e processo sol-gel. Alguns pesquisadores chamam atenção para o processo por via-seca, apontando como grande vantagem à alta reprodutividade e o baixo custo (Rhee, 2002 e Varma & Badu, 2005). Outros destacam a via úmida por precipitação em solução aquosa pela sua relativa simplicidade e defendem que a técnica tem baixo custo e boa reprodutividade, além de permitir a obtenção de um biomaterial homogêneo, reativo e de composição estequiométrica melhor definida e possibilitando controle nas condições de síntese (Honda et al., 1990 e Rodriguez-Lorenzo & Vallet-Regí, 2001).

Os processos por via úmida envolvem a preparação de uma solução homogênea de sais contendo um dos íons de interesse e a sua mistura com um agente precipitante, geralmente uma solução contendo o outro íon de interesse, de modo a exceder o produto de solubilidade de alguma das espécies químicas resultando em um precipitado que é separado da solução por filtração. Comumente utilizam-se cloretos, nitratos ou carbonatos, como sais de cálcio e sais de fosfatos ou ácido fosfórico. Este precipitado pode ser o pó cerâmico desejado ou um intermediário que, após receber tratamento térmico, será convertido ao produto esperado (Kawachi, 1997). Além disso, o subproduto da reação é a água, não causando maiores problemas quanto à sua utilização do produto final da reação como biomateriais.

Sendo assim, este trabalho visou sintetizar a hidroxiapatita pela técnica via úmida entre soluções de ácido fosfórico e hidróxido de cálcio calcinado a  $900^\circ\text{C}/120$  min, e sua caracterização estrutural e morfológica para ser usada como material na formulação de compósitos  $\text{Al}_2\text{O}_3$ /hidroxiapatita.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Na tentativa de se obter a hidroxiapatita (Ca/P = 1,67) pelo método via úmida, de acordo com a metodologia proposta por Fook (2005), foram utilizados os seguintes reagentes: hidróxido de cálcio [ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ] P.A., ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) e água deionizada. Inicialmente 14,8 g de hidróxido de cálcio com concentração de 2M foi colocado em um béquer de vidro, e mantido sob agitação constante, utilizando agitador com indução magnética, até atingir a temperatura

de 80°C. Ainda sob agitação constante, 12,6 mL de ácido fosfórico, também com concentração de 2M, foi adicionado lentamente, controlando-se o gotejamento. Após a completa adição da solução ácida, a solução final ainda foi mantida sob agitação, por mais 30 min, até que atingisse a consistência desejada na forma de pasta. Para secagem desta pasta cerâmica, esta foi encaminhada para a estufa pré-aquecida a 110°C, onde permaneceu por 24 h. Após a secagem, o produto cerâmico foi triturado, passado em peneira malha 100 e levado para calcinação à 900°C/120 min.

O pó cerâmico resultante foi caracterizado por: difração de raios-X em um difratômetro da Shimadzu (modelo LAB 6000) com varredura na região de 10 a 80° 2 $\theta$ , radiação CuK $\alpha$  ( $\lambda=1,5418\text{\AA}$ ). Para identificação das fases utilizou-se o programa (Pmgr) da Shimadzu. O tamanho médio de cristalito foi calculado a partir do alargamento dos picos de difração, e corrigido pelo alargamento instrumental obtido a partir de uma amostra de silício policristalino (utilizado como padrão) utilizando-se a equação de Scherrer (Klung & Alexander, 1962). Os espectros de FTIR foram coletados em pastilhas de KBr a 1%, usando um espectrômetro Shimadzu Spectrum BX – Perkin Elmer, entre 4000 e 400 cm<sup>-1</sup>, com resolução de 4 cm<sup>-1</sup> e 100 varreduras. A distribuição do tamanho de aglomerados foi determinada por meio de um Granulômetro de marca CILAS modelo 1064 LD. A morfologia dos aglomerados de partículas foi investigada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando um microscópio modelo XL30 FEG da Philips.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura (1) apresenta o difratograma de raios-X do pó cerâmico obtido via reação direta e calcinado a 900°C/120 min. O espectro mostra a formação da fase tetragonal do pirofosfato de cálcio ( $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) (ficha padrão JCPDS 09-0346) como fase majoritária, além da presença da hidroxiapatita [ $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ ] (ficha JCPDS 86-0740) e do fosfato tetracálcio [ $\text{Ca}_4\text{O}(\text{PO}_4)_2$ ] (ficha JCPDS 25-1137) como fases secundárias. Ou seja, na temperatura de calcinação, a qual o material foi submetido, não foi possível obter a hidroxiapatita como fase majoritária. Fook (2008), por sua vez, obteve a hidroxiapatita na forma monofásica, usando a mesma metodologia usada no presente estudo, exceção dada à temperatura de calcinação, que foi de 700°C, enquanto que no nosso caso foi de 900°C/120 min. Fook (2008) também testou as amostras, submetendo-as a um tratamento térmico de 1100°C, e observou por DRX, que além da presença da hidroxiapatita (HAp), haviam traços de fosfato tricálcio (TPC). Segundo Aoki (1991), o fosfato de cálcio com razão Ca/P = 1,67 sofre facilmente transformação térmica acima de 1100°C, resultando em uma mistura de TCP e HAp.

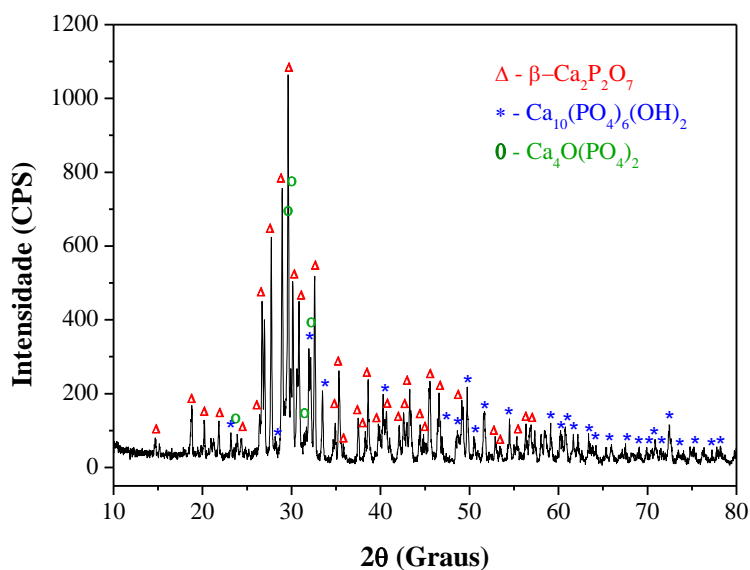


Figura 1: Difratograma de raios-X do pó cerâmico em estudo.

A Figura (2) mostra o espectro vibracional na região do infravermelho, na faixa de 4000 – 400 cm<sup>-1</sup>, do pó cerâmico obtido por via úmida. As bandas de energia situadas a 450 e 523 cm<sup>-1</sup> estão relacionadas às vibrações de estiramento P-OH ( $\nu_7$ ) do grupo HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, enquanto que a banda situada a 610 cm<sup>-1</sup> corresponde à vibração de deformação O-P-O ( $\nu_4$ ) do grupo PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> ou do grupo HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup>. A banda por volta de 962 cm<sup>-1</sup> está relacionada às vibrações de estiramento simétrico do grupo PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> ( $\nu_1$ ). A banda a 1080 cm<sup>-1</sup> indica vibrações de estiramento assimétrico do grupo PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> ( $\nu_3$ ). Em 842 cm<sup>-1</sup> situa-se uma banda correspondente às vibrações de estiramento antisimétrico do grupo CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> ( $\nu_2$ ). Em 1466 cm<sup>-1</sup> está uma banda de estiramento simétrico do grupo CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> ( $\nu_1$ ). As bandas em torno de 2925 cm<sup>-1</sup> e na faixa de 715 a 750 cm<sup>-1</sup> estão relacionadas às vibrações de estiramento do grupo C-H, a banda por volta de 1735 cm<sup>-1</sup> as vibrações do grupo C=O, e as bandas situadas a 1165, 1257 e 1377 cm<sup>-1</sup> estão relacionadas a vibrações do grupo C-O. A banda larga em torno de 3440 cm<sup>-1</sup> corresponde às vibrações dos grupos  $\gamma(\text{O-H})$ , dos grupos hidroxilas livres ou ligados a hidrogênio, resultante da água fisicamente adsorvida. Esta está potencialmente presente como resultado do uso de KBr higroscópico durante a preparação das amostra para a análise de infravermelho (Nordstrom & Karissom, 1990, Kandori et al, 1995, Kikuchi et al., 1999).

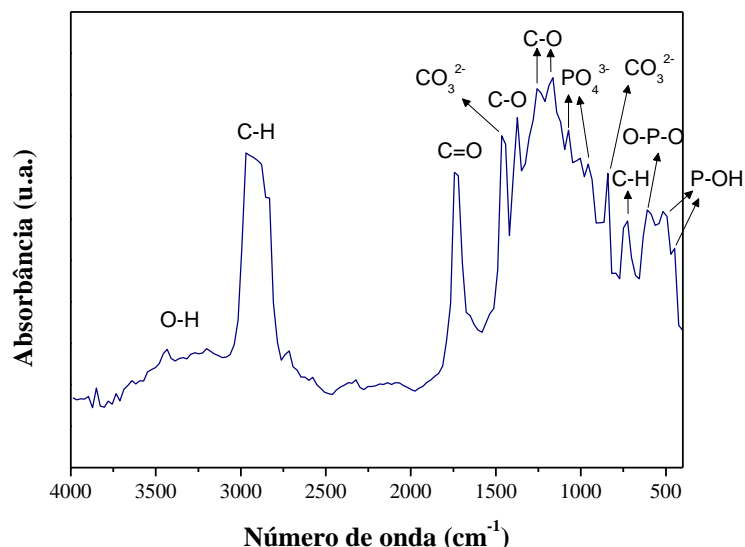


Figura 2. Espectro na região do infravermelho referente ao pó cerâmico.

A Figura (3) apresenta a curva dos valores de diâmetro esférico equivalente de aglomerados em função da massa cumulativa para o pó cerâmico em estudo. A curva obtida sugere a formação de aglomerados de partículas com uma larga distribuição de tamanho monomodal, e com tamanho mediano de aglomerados ( $D_{50\%}$ ) de 6,14  $\mu\text{m}$ . Cunha et al. (2006) quando sintetizaram fosfatos de cálcio por precipitação homogênea (via úmida), a partir de soluções de cloreto de cálcio ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), dihidrogênio fosfato de amônio ( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ) e hidróxido de amônio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ), fixando-se a relação atômica Ca/P em 1,67; 1,83 e 1,99, e submetendo as soluções a calcinação a  $800^\circ\text{C}$  por 1 h, observaram por análise granulométrica uma distribuição larga de aglomerados, com valores de diâmetro médio entre 12, 8 e 8,3  $\mu\text{m}$ , respectivamente. Para a mesma razão Ca/P usada no presente estudo, que foi de 1,67, observamos que o diâmetro granulométrico obtido por Cunha et al. (2006) foi o dobro do nosso.

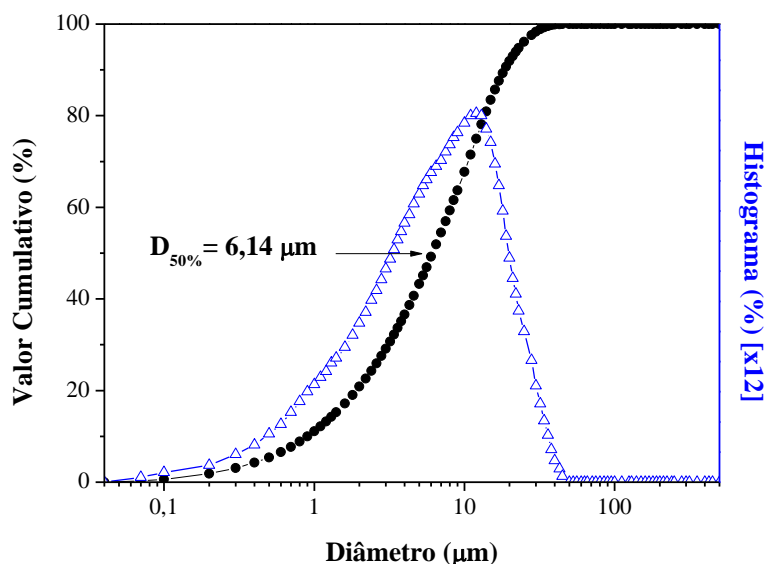
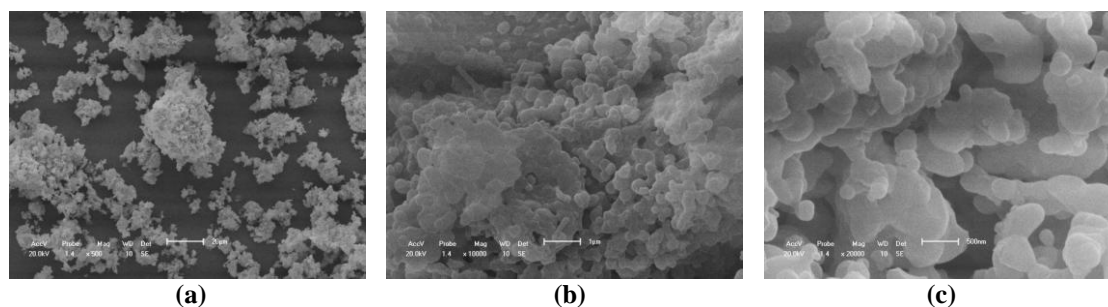


Figura 3. Distribuição granulométrica do pó cerâmico.

A Figura (4) apresenta o resultado de caracterização morfológica do pó cerâmico em estudo a partir da microscopia eletrônica de varredura (MEV). Estas micrografias apresentam aglomerados com uma larga distribuição de tamanho, maiores e menores que 20  $\mu\text{m}$ , com aspecto espumoso de fácil desaglomeração e presença de porosidade. Fook (2008) quando sintetizou a hidroxiapatita via reação direta, observou uma morfologia do pó com uma estrutura porosa, com tamanho de poros variados e presença de poros interconectados, bem como observado no presente estudo. De acordo com Klawiter & Hulbert (1971), a presença de poros menores que 30  $\mu\text{m}$  devem ser destacados por permitirem uma melhor neovascularização e crescimento de fibroblastos no interior dos suportes, quando estes são aplicados como biomateriais.



**Figura 4. Micrografias do pó cerâmico obtidas por microscopia eletrônica de varredura: (a) aumento de 0,5k; (b) aumento de 10k; e, (c) aumento de 20k.**

#### 4. CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos neste trabalho, podemos concluir que: não foi possível obter a hidroxiapatita ( $\text{Ca/P} = 1,67$ ) como única fase através da síntese por precipitação em soluções aquosas (via úmida) usando os reagentes hidróxido de cálcio  $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$  e o ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) na temperatura de calcinação de  $900^\circ\text{C}/120$  min. O espectro de raios-X mostrou a formação do pirofosfato de cálcio ( $\beta\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) como fase majoritária, e a presença da hidroxiapatita  $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$  e do fosfato tetracálcio  $[\text{Ca}_4\text{O}(\text{PO}_4)_2]$  como fases secundárias. O espectro de infravermelho mostrou as vibrações características dos fosfatos de cálcio. Foi observada uma larga distribuição granulométrica com tamanho mediano de aglomerado de  $6,14 \mu\text{m}$ , e um aspecto morfológico de aglomerados com tamanhos e formas irregulares, com aspecto espumoso e com grande porosidade.

#### 5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a RENAMI/CNPq, PROCAD/NF-CAPES, PRO-Engenharia-CAPES, CNPq pelo apoio financeiro.

#### 6. REFERÊNCIAS

- Ambrosio, L., Peluso, G. and Progettazione, J.N., 1991, "Caratterizzazione chimico-fisica e biologica dei Biomateriali", Proceedings of the VII Congresso Nazionale di Chirurgia Maxillo-facciale, Monduzzi editore, Vol. 3, pp. 951-957.
- Ando, J., 1958, "Tricalcium phosphate and its variation". Chem. Soc. Japan, Vol. 31, n. 2, pp. 196- 201.
- Aoki, H., 1991, "Science and medical applications of hydroxyapatite", Tokyo: Takayama Press System Center, pp.230.
- Cao, W. and Hench, L.L., 1996, "Bioactive Materials", Ceramics International, Vol. 22, pp. 493-507.
- Cunha, S.M., Lazar, D.R.R., Ussui, V., Fancio, E., Lima, N.B. e Bressiani, A.H.A., 2006, "Influência da relação ca/p na formação de fosfatos de cálcio sintetizados por precipitação homogênea". Anais do 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Foz do Iguaçu, PR, Brasil, pp. 75-86.
- Elliott, J.C., 1994, "Structure and chemistry of the apatites and other calcium orthophosphates", Amsterdam: Elsevier, pp. 389.
- Fook, A.C.B.M, 2008, "Desenvolvimento de biocerâmicas porosas para regeneração óssea", 68f, Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais), Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, Paraíba, Brasil.
- Fook, M.V.L., 2005, "Desenvolvimento de técnica de deposição de hidroxiapatita pelo método biomimético na superfície polietileno de ultra alto peso molecular para aplicação como biomaterial", 128f. Tese (Doutorado em Química) - Instituto de Química, IQ – UNESP/SP, São Paulo, Brasil.
- Hoepfner, T.P. and Case, E.D., 2003, "The influence of the microstructure on the hardness of sintered hydroxyapatite", Ceramics International, Vol. 29, pp. 699-706.
- Honda, T., Takagi, M., Uchida, N., Saito K. and Uematsu K., 1990, "Post-composition control of hydroxyapatite in an aqueous medium", Journal of Materials Science: Materials in Medicine, Vol.1, n.28, pp.114-117.
- Kandori, K., Yasukawa, A. and Ishikawa, T., 1995, "Preparation and characterization of spherical calcium hydroxyapatite", Chem. Mater., 1, Vol.1, pp.26-32.
- Kawachi, E.Y., 1997, "Fosfatos de cálcio: porosidade, potencial de interface e comportamento in vivo", Dissertação (Mestrado em Química), Programa de Pós-Graduação em Química. UNICAMP, Campinas, Brasil, pp.53.
- Kikuchi, M., Suetsugu, Y., Tanaka, J., Itoh, S., Ichinose, S., Shinomiya, K.S., Hiraoka, Y., Mandai, Y. and Nakatani, S., 1999, "The biomimetic synthesis and biocompatibility of self-organized hydroxyapatite/collagen composites", Bioceramics, Vol.12, pp. 393-396.
- Klawitter, J.J. and Hulbert, S.F., 1971, "Application of porous ceramics for the attachment of load-bearing internal orthopedic applications", J. Biomed. Mater. Res. Symp., Vol. 2, n. 161.
- Klung, H. and Alexander, L., 1962, "X-ray diffraction procedures", Wiley, New York, EUA, pp.491.

- Le Geros, R.Z., 1991, "Calcium phosphates in oral biology and medicine", Monographs in oral science. Ed. Howard M. Myers, San Francisco-California, Vol. 15, pp. 01-201.
- Legeros, R. Z., 1991, "Calcium phosphate in oral biology and medicine". São Francisco: Meyers, 1991. pp. 98.
- Muralithram, G. and Ramesh, S., 2000, "The effects of sintering temperature on the properties of hydroxyapatite", Ceramics International, Vol. 26, pp. 221-230.
- Nordstrom, E.G. and Karisson, K.H., 1990, "Carbonatedoped hidroxyapatite", J. Mater. Sci., 1, Vol.3, pp.182-184.
- Oréfice, R. L., 2006, "Biomateriais: Fundamentos e Aplicações". Rio de Janeiro: Cultura Médica, pp. 61.
- Rhee, S.H., 2002, "Synthesis of hydroxyapatite via mechanochemical treatment", Biomaterials, Vol. 23, n.6, pp.1147-1152.
- Rodriguez-Lorenzo, L. M. and Vallet-Regí, J.M.F., 2001, "Fabrication of hydroxyapatite bodies by uniaxial pressing from a precipitated powder", Biomaterials. Vol. 22, n.5, p.583-588.
- Rossi, A.M., Terra, J., Mavropoulos, E. e Moreira, E.L., 2000, "Ciência e tecnologia das biocerâmicas", Revista do CBPF, pp. 54-56.
- Silva, O.G., 2006, "Síntese e caracterização de híbridos inorgânicos-orgânicos formados a partir de reações de sinalização da hidroxiapatita e monetita", 06f, Dissertação (Mestrado em Química), Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, Brasil.
- Slavica, L., Slavica, Z., Nada, M., Slobodan, M., 2001, "The effect of temperature on the properties of hydroxyapatite precipitated from calcium hydroxide and phosphoric acid", Thermochimica Acta, Vol. 374, pp. 13-22.
- Thamaraiselvi, T.V. and Rajeswari, S., 2004, "Biological evaluation of bioceramic materials: a review", Trends Biomater. Artif. Organs, Vol. 18, n.1, pp. 9- 17.
- Varma, H.K. and Babu, S.S., 2005, "Synthesis of calcium phosphate bioceramics by citrate gel pyrolysis method", Ceramics International, Vol. 31, n.4, pp. 109-114.

## 7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluídos neste trabalho.

# STRUCTURAL AND MORPHOLOGICAL CHARACTERIZATION OF THE HYDROXYAPATITE OBTAINED BY WET WAY

Cristiana Vieira de Souza, [cris\\_vsouza@hotmail.com](mailto:cris_vsouza@hotmail.com)<sup>1</sup>

Marcelino Guedes Lima, [marcelino.lima@hotmail.com](mailto:marcelino.lima@hotmail.com)<sup>1</sup>

Elvia Leal, [elvialeal@gmail.com](mailto:elvialeal@gmail.com)<sup>1</sup>

Marcelo de Sá, [mjcdesa@ufcg.edu.br](mailto:mjcdesa@ufcg.edu.br)<sup>2</sup>

Elíria Maria de Jesus Agnolon Pallone, [eliria@usp.br](mailto:eliria@usp.br)<sup>3</sup>

Ruth Herta Goldshimidt Aliaga Kiminami, [ruth@power.ufscar.br](mailto:ruth@power.ufscar.br)<sup>4</sup>

Ana Cristina Figueiredo Melo Costa, [anacristina@dema.ufcg.edu.br](mailto:anacristina@dema.ufcg.edu.br)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande, Av. Aprígio Veloso, 882, Bodocongó, 58109-970, Campina Grande – PB, Brasil.

<sup>2</sup>Unidade Acadêmica de Medicina Veterinária - Universidade Federal de Campina Grande, Rod. Patos – Teixeira, Km Zero, Jatobá, 58700-970, Pa tos – PB, Brasil.

<sup>3</sup>Departamento de Ciências Básicas – Universidade de São Paulo, Av. Duque de Caxias Norte, 225, Jd. Elite, 13635970, Pirassununga – SP, Brasil.

<sup>4</sup>Departamento de Engenharia de Materiais – Universidade Federal de São Carlos, Rod. Washington Luiz, km 235, 13565-905, São Carlos – SP, Brasil.

**Abstract.** Among the calcium phosphates used in the biomedical area, hydroxyapatite has been the most studied compound due to its similarity to the mineral phase of human bone. However, there is a great difficulty in controlling Ca/P ratio of this compound, since this parameter depends on the conditions used in the synthesis and ceramic processing steps. Hydroxyapatite precipitated by wet way has similar characteristics to the bone and teeth tissue, unlike of hydroxyapatite synthesized at high temperatures. Thus, the aim of this work was to obtain hydroxyapatite, with Ca/P=1.67, by wet way method, between solutions of phosphoric acid and calcium hydroxide, followed by calcination at 900°C/120 min, and their structural and morphological characterization. The obtained ceramic powder was characterized by X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), particle size distribution and scanning electron microscopy (SEM). X-ray spectrum showed the formation of the crystalline phase of calcium pyrophosphate ( $\beta$ -Ca<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) as major phase, and of hydroxyapatite [Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>] and tetracalcium phosphate [Ca<sub>4</sub>O(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>] as secondary phases. Infrared spectrum showed vibrations characteristics of calcium phosphates. It was observed a unimodal agglomerates distribution, with median size of 6.14  $\mu$ m, and morphology with foamy aspect of easy disagglomeration.

**Keywords:** calcium phosphates, hydroxyapatite, precipitation, characterization.