



VI CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA
VI NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING
18 a 21 de agosto de 2010 – Campina Grande – Paraíba - Brasil
August 18 – 21, 2010 – Campina Grande – Paraíba – Brazil

ANÁLISE NO INFRAVERMELHO DA HIDROXIAPATITA

Sara Verusca de Oliveira, saraveruscadeoliveira@yahoo.com.br¹

Shirley Nóbrega Cavalcanti, shirleynobrega@yahoo.com.br¹

Guilherme Portela Rabello, guilhermeportel@hotmail.com¹

Edcleide Maria Araújo, edcleide@dema.ufcg.edu.br¹

Marcus Vinicius Lia Fook, marcusvinicius@dema.ufcg.edu.br¹

¹Universidade Federal de Campina Grande- UFCG, Depto. De Engenharia de Materiais da UFCG, Av. Aprígio Veloso, 882, CEP 58429-900, Campina Grande-PB,

Resumo: Os fosfatos de cálcio de relevância biológica são: fosfato de cálcio amorfo, brushita, monetita, fosfato de octacálcio, fosfato tricálcio, pirofosfato de cálcio e a hidroxiapatita. Dentre as fases minerais presentes em calcificações normais, ou seja, não patológicas, os fosfatos de cálcio são as mais comumente encontradas. A hidroxiapatita é a mais usada devido sua semelhança com a fase mineral de ossos e dentes. A utilização de cerâmicas como biomateriais devem apresentar propriedades físicas e biológicas compatíveis com os tecidos vivos hospedeiros. Para a obtenção da hidroxiapatita, foi realizado um processo de via úmida envolvendo uma reação ácido-base. O material obtido em diferentes concentrações foi caracterizado sem tratamento térmico como também com tratamento térmico pela técnica de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR). O espectro de infravermelho é constituído por bandas de absorção que correspondem às frequências de ligações dos átomos que compõem o material. Nos resultados dos espectros das amostras de hidroxiapatita temos que o grupo OH aparece em todas as amostras tratadas termicamente a 900 °C. Os espectros confirmam a presença do grupo H₂O em todas as amostras que não passaram por tratamento térmico e em algumas amostras tratadas termicamente. Observa-se a presença de carbonato em todas as amostras tratada termicamente a 900 °C como também em algumas amostras que não foram submetidas a tratamento térmico. Pelos resultados obtidos nos espectros considera que grupos fosfato aparecem em todas as amostras nas concentrações de (1M, 3M e 5M) condicionadas ou não a tratamento térmico.

Palavras-chave: Infravermelho, Bandas de absorção, Fosfato de cálcio.

1. INTRODUÇÃO

A cerâmica é bastante conhecida na engenharia e constantemente novas aplicações para a cerâmica são descobertas. Hoje em dia a cerâmica está muito além de possuir apenas valores artísticos ou domésticos.

As biocerâmicas, denominadas fosfato de cálcio, têm merecido lugar de destaque entre os materiais com aplicação biomédica, em especial para aplicações em implantes ósseos, pois existe uma vasta gama de cerâmicas compatíveis com este tipo de aplicação (Hench & Wilson, 1993). 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 (Shapoff, 1980).

A biocompatibilidade é a capacidade de o material apresentar uma resposta apropriada quando aplicado, não causando, reação inflamatória crônica, reação de corpo estranho ou mesmo toxicidade (Ratner et al., 1996). Os parâmetros que definem a biocompatibilidade são difíceis de serem estabelecidos, pois estão ligados a fatores subjetivos como a idade do paciente, estado de saúde, local de implante, imunidade, etc.

A pesquisa na área de biomateriais é um trabalho com características eminentemente interdisciplinar envolvendo fatores como: processamento, síntese, resposta do tecido hospedeiro, qualidade e esterilidade clínica (Kawachi et al., 2000; Lacerda et al., 2006). Em produtos obtidos a partir de materiais cerâmicos para aplicação biomédica, a necessidade de elevada pureza e seu controle determina, em geral, o uso do processo de síntese específico, a seleção e beneficiamento da matéria-prima (Ambrosio et al., 1991; Eisenberger, 1996). Os fosfatos de cálcio, por exemplo, podem ser obtidos através de várias rotas de síntese química relatadas na literatura.

O sucesso da aplicação de um biomaterial está diretamente ligado a sua composição química, a necessidade de uma morfologia apropriada para a sua utilização, e ao comportamento mecânico adequado à função que irá desempenhar. As propriedades físicas não devem ser afetadas durante a sua utilização *in vivo*, do ponto de vista químico ser inerte e biocompatível com o organismo.

São denominadas biocerâmicas a classe das cerâmicas usadas para o reparo e reconstrução de partes doentes ou danificadas do sistema esquelético do corpo humano, que é composto de ossos, juntas e dentes (Thamaraiselvi &

Rajeswari, 2004). Estas são definidas como materiais cerâmicos designados para atuar em um meio fisiológico específico, e utilizadas como material de construção de aparelhos, de proteção ou órgãos internos artificiais (Rigo, 2007).

A cada ano, são desenvolvidos novos biomateriais, com o intuito de oferecer outras opções de tratamento para diversas enfermidades. Em decorrência deste desenvolvimento, o conceito de biomateriais evoluiu, de modo que a grande maioria dos novos biomateriais é utilizada para regeneração tecidual.

A finalidade da presente pesquisa foi caracterizar por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier a hidroxiapatita obtida em diferentes molaridades (1M, 3M e 5M) condicionadas ou não a tratamento térmico.

2. MATERIAIS E MÉTODO

2.1. Materiais

Os reagentes utilizados nesta pesquisa foram:

- Hidróxido de cálcio PA – Ca(OH)_2 fornecido pela Vetec.
- Ácido fosfórico PA – H_3PO_4 fornecido pela Reagentes Analíticos Dinâmica.

O solvente utilizado foi água deionizada, obtida através de deionizador Permuton.

2.2. Método

Para a obtenção dos pós de fosfato de cálcio de relação Ca/P 1,67 que corresponde a hidroxiapatita, foi realizado um processo de obtenção via úmida envolvendo uma reação ácido-base denominada neutralização entre as soluções de ácido fosfórico e hidróxido de cálcio com concentrações (1M, 3M e 5M). A solução ácida (1M) foi adicionada com controle de vazão à solução alcalina (1M), previamente aquecida à temperatura de $\pm 80^\circ\text{C}$, sob constante agitação magnética. Após a completa adição da solução de ácido fosfórico, o produto obtido permanece por um período de ± 50 minutos, sob agitação magnética à temperatura de 100°C , para atingir a viscosidade desejada. Atingida a viscosidade desejada, foi obtida uma pasta viscosa de fosfato de cálcio e esta foi levada para a estufa a 110°C , por 24h. Em seguida, o material seco foi passado em peneira de malha $200\ \mu\text{m}$. Uma parte do material foi encaminhado para caracterização por espectroscopia no infravermelho (FTIR). A outra parte foi sinterizada em forno convencional a 900°C e logo após também caracterizada pela mesma técnica citada anteriormente. O mesmo procedimento foi realizado para obtenção dos fosfatos de cálcio a 3M e 5M.

2.2.1. Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier

O espectro de infravermelho é constituído por bandas de absorção que correspondem às frequências de ligações dos átomos que compõem o material. A intensidade dos picos no espectro é uma indicação direta da quantidade do material presente.

Esta técnica foi utilizada para identificar a composição química através das bandas de absorção características dos grupos presentes nos fosfatos de cálcio de relação Ca/P 1,67 selecionados para este estudo.

As análises foram realizadas em um espectrômetro AVATAR TM 360 ESP Nicolet (UAEMA/ CCT/UFCEG) e com varredura de 4000 a $400\ \text{cm}^{-1}$, região do infravermelho médio que corresponde à área de interesse de acordo com as características do material a ser analisado. As amostras foram analisadas na forma de pastilha feita a partir da mistura de $0,007\text{g}$ do pó com $0,1\text{g}$ de KBr e prensada a 5t durante 30s.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi realizada para verificar a eficácia do processo de obtenção dos pós de fosfatos de cálcio identificando suas bandas características.

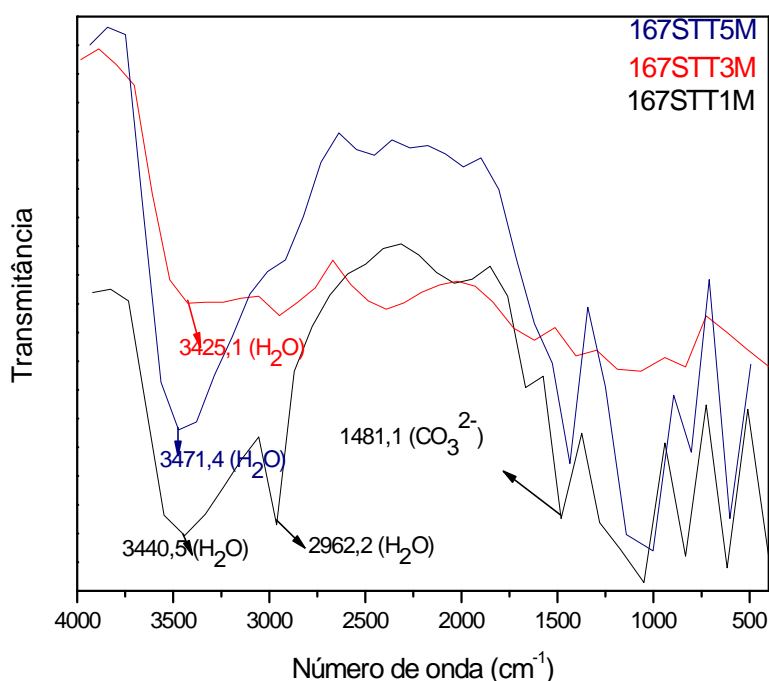
A análise dos espectros na região do infravermelho é uma ferramenta importante para uma avaliação qualitativa da presença de grupos inorgânicos (fosfatos). A tabela 1 traz um resumo das absorções observadas no espectro para compostos inorgânicos.

Tabela 1 – Bandas de Absorção na região do infravermelho.

Região de Absorção (cm^{-1})	Designação
3580	ν_5 estiramento OH de hidroxila
3400	ν_5 estiramento OH de H_2O
1645	deformação H-O-H de H_2O
1470-1420	ν_1 estiramento simétrico de CO_3^{2-}
1128	ν_6 estiramento PO_3^- em HPO_4^{2-}
1100, 1093, 1047	ν_3 estiramento assimétrico de PO_4^{3-} ou ν_6 estiramento PO_3 em HPO_4^{2-}
965	ν_1 estiramento simétrico PO_4^{3-}
918	ν_3 estiramento P-OH em HPO_4^{2-}
884	ν_2 estiramento antissimétrico de CO_3^{2-}
650	vibrações OH de hidroxila
616, 581	ν_4 deformação O-P-O em PO_4^{3-} ou ν_4 deformação O-P-O em HPO_4^{2-}
535	ν_7 estiramento P-OH em HPO_4^{2-}

As amostras caracterizadas por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) serão analisadas segundo as regiões de absorção apresentada na tabela 1. Os espectros de infravermelho com transformada de Fourier abaixo refere-se aos fosfatos de cálcio sem tratamento térmico.

A Figura 1 apresenta os espectros de infravermelho com transformada de Fourier das amostras sem tratamento térmico obtido nas concentrações 1M, 3M e 5M.

**Figura 1: Espectros de FTIR das amostras com Ca/P 1,67 a 1M, 3M e 5M sem tratamento térmico.**

As bandas de absorção referente aos espectros das amostras Ca/P 1,67 obtidas com concentração 1M, 3M e 5M, (Figura 1), mostra que a região de $3440,5 \text{ cm}^{-1}$ (167STT1M), $3425,1 \text{ cm}^{-1}$ (167STT3M) e $3471,4 \text{ cm}^{-1}$ (167STT5M) correspondem ao ν_5 estiramento OH do grupo H_2O são muito alargadas confirmando a presença de um alto teor de H_2O na sua constituição. Sendo que os espectros das amostras 167STT1M e 167STT5M além das bandas atribuídas ao grupo H_2O , possuem uma semelhança com os espectros da 167CTT1M e 167CTT5M submetida a tratamento térmico a $900 \text{ }^\circ\text{C}$ apresentado na Figura 2. A amostra 167STT1M apresenta bandas na região de $1049,1 \text{ cm}^{-1}$ correspondente aos grupos fosfatos PO_4^{3-} e na região de $833,1$ e $1481,1 \text{ cm}^{-1}$ referente ao carbonato (CO_3^{2-}). Sendo possível notar que estas bandas também estão presentes na amostra 167STT5M e 167STT3M, sendo que para a amostra 167STT3M não se apresentam na mesma intensidade que as amostras 167STT1M e 167STT5M.

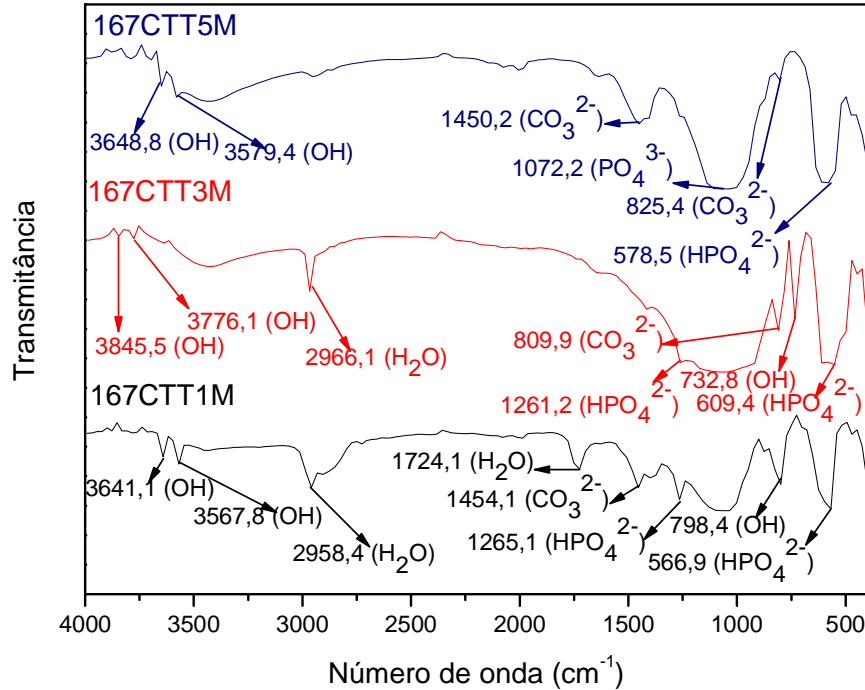


Figura 2: Espectros de FTIR das amostras com Ca/P 1,67 a 1M, 3M e 5M com tratamento térmico.

As bandas de absorção apresentadas para a amostra 167CTT1M na região 566,9 e 1265,1 cm^{-1} são atribuídas ao grupo fosfato, as bandas na região 798,4, 3567,8 e 3641,1 cm^{-1} são atribuídos a presença do grupo OH, na região 1724,1 cm^{-1} o grupo H₂O e na região de 1454,1 cm^{-1} correspondente ao grupo carbonato. Para a amostra 167CTT3M observa-se bandas de absorção características do grupo HPO₄²⁻ na região de 609,4 e 1261,2 cm^{-1} , absorção do grupo H₂O na região de 2966,1 cm^{-1} . O grupo carbonato presente na amostra 167CTT3M se encontra na região de 809,9 cm^{-1} e a absorção do grupo OH está na região 732,8, 3776,1 e 3845,5 cm^{-1} .

Na amostra 167CTT5M as bandas que aparecem em 3648,8 e 3579,4 cm^{-1} são bandas características de moléculas de água estrutural ou adsorvida na amostra. As bandas que aparecem em 1072,2 cm^{-1} são atribuídas ao ν_3 estiramento assimétrico de PO₄³⁻ ou ν_6 estiramento PO₃⁻ em HPO₄²⁻ de forma que as bandas que aparecem em 578,5 cm^{-1} são atribuídas ν_4 deformação O-P-O em PO₄³⁻ ou ν_4 deformação O-P-O em HPO₄²⁻. O espectro mostrou também bandas referentes aos modos vibracionais do carbonato CO₃²⁻ que aparecem em 825,4 e 1450,2 cm^{-1} .

4. CONCLUSÕES

As fases obtidas, sem tratamento térmico e com tratamento térmico em diferentes concentrações molares (1M, 3M e 5M), estão em função da preparação estequiométrica da Ca/P das soluções e da temperatura empregada.

Os resultados do FTIR confirmaram a absorção do grupo fosfato presentes nas amostras Ca/P 1,67 para as diferentes concentrações (1M, 3M e 5M) submetidas ou não a tratamento térmico.

Percebeu-se que o aumento da concentração molar nas soluções de partida induz a formação de nova fase nos fosfatos de cálcio nas amostras preparadas Ca/P 1,67.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores são gratos ao PPG-CEMat da UFCG, ao 6º CONEM, a Capes e ao Cnpq pelo suporte financeiro.

6. REFERÊNCIAS

- Ambrosio, L., Peluso, G., Progettazione, J. N., 1991, "Caratterizzazione chimico-fisica e biologica dei Biomateriali." In: VII Congresso Nazionale di Chirurgia Maxillo-facciale, Monduzzi editore, v. 3, p.951-957.
- Eisenberger, P., 1996, "Biomaterials and medical implant science: present and future perspectives." A summary report. J. Biomed. Mater. Res., v.32, p. 143-147.
- Hench, L.L., Wilson, J., 1993, "Introduction to bioceramics." Singapore:Word Scientific. Publishing Co. Pte. Ltd., v.3, n.1, p.1-15.

- Kawachi, E.Y., Bertran, C.A., Reis, R.R., Alves, O.L., 2000, "Biocerâmicas: Tendências e Perspectivas de uma Área Interdisciplinar." Química Nova. v.4, n.23, p.518.
- Lacerda, K. A., Lameiras, F.S., Silva, V.V., 2006, "Síntese e caracterização de matrizes porosas de hidroxiapatita para aplicação como fontes radioativas em braquiterapia." Rem: Rev. Esc. Minas, v. 59, n. 2, p.217-223, abr./jun.
- Ratner, B.D., Hoffman, A.S., Schoen, F.J., Lemons, J.E., 1996, "Biomaterials science: an introduction to materials in Medicine." ACADEMIC PRESS, San Diego, p. 68.
- Rigo, E.C.S., Gehrke, S.A., Carbonari, M., 2007, "Síntese e caracterização de hidroxiapatita obtida pelo método da Precipitação." Rev. Dental Press Periodontia Implantol., Maringá, v.1, n.3, p.39-50, jul./ago./set.
- Shapoff, C. A., Bowers, G. M., Levy, B., Melloning, J. T., Yukna, R. A., 1980, "The effects of particle size on the osteogenic activity of composite grafts of allonenic freeze-dried bone and autogenous marrow." J. Periodontol., v.51, n.7, p.625-630.
- Thamaraiselvi, T.V., Rajeswari, S., 2004, "Biological Evaluation of Bioceramic Materials: a review." Trends Biomater. Artif. Organs, v. 18, n.1, p. 9-17.

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

INFRARED ANALYSIS OF HYDROXYAPATITE

Sara Verusca de Oliveira, saraveruscadeoliveira@yahoo.com.br¹

Shirley Nóbrega Cavalcanti, shirleynobrega@yahoo.com.br¹

Guilherme Portela Rabello, guilhermeportel@hotmail.com¹

Edcleide Maria Araújo, edcleide@dema.ufcg.edu.br¹

Marcus Vinicius Lia Fook, marcusvinicius@dema.ufcg.edu.br¹

¹ University Federal of Campina Grande- UFCG, Dept. . Materials Engineering of the UFCG, Av, Aprígio Veloso, 882, CEP 58429-900, Campina Grande-PB,

Summary: *The calcium phosphates of biological relevance are: amorphous calcium phosphate, brushite, monetite, octacalcium phosphate, tricalcium phosphate, calcium pyrophosphate and hydroxyapatite. Among the mineral phases present in normal calcification, ie non-pathological conditions, the calcium phosphates are the most commonly found. Hydroxyapatite is the most widely used because of its similarity to the mineral phase of bones and teeth. The use of ceramics as biomaterials must present physical and biological properties compatible with living tissue hosts. To obtain the hydroxyapatite was carried out a wet process involving an acid-base reaction. The material obtained at different concentrations was characterized without heat treatment as well as heat treatment by the technique of infrared spectroscopy Fourier transform (FTIR). The infrared spectrum consists of absorption bands corresponding to the frequencies of bonds of the atoms that make up the material. The results of the spectra of samples of hydroxyapatite have the OH group appears in all the samples heat treated at 900 ° C. The spectra confirm the presence of H₂O group in all samples that have not undergone heat treatment and in some samples heat treated. Observed the presence of carbonate in all samples annealed at 900 ° C but in some samples that have not undergone heat treatment. The results obtained in the spectra believes that phosphate groups appear in all samples in concentrations (1M, 3M and 5M) conditioned or not heat treated.*

Keywords: *Infrared, Absorption bands, Calcium phosphate.*