

ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DO COMBUSTÍVEL NA OBTENÇÃO DE HAp VIA REAÇÃO DE COMBUSTÃO

T. L. SANTOS¹, A. M. D. LEITE¹, K. M. S. VIANA^{1*},

¹Escola de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.
Campus Universitário, Lagoa Nova, CEP 59078-970, Natal-RN

*kalineviana@ect.ufrn.br

RESUMO

A busca por novos materiais de aplicações biomédicas conduziu à investigação das biocerâmicas de fosfato de cálcio, em especial a hidroxiapatita (HAp), que por ser um material semelhante ao tecido ósseo, de excelente biocompatibilidade e alta osteocondução possibilitando a regeneração óssea o que permite a utilização em implantes e próteses. A síntese da HAp via reação de combustão possibilita a obtenção de HAp nanométrica com uma estrutura mais similar possível à apatita biológica. Este trabalho tem como objetivo sintetizar HAp por reação de combustão utilizando duas rotas de síntese diferentes; a primeira, utilizando a uréia como combustível e a segunda utilizando a glicina; após isso, avaliar qual a influência dos combustíveis utilizados na microestrutura da hidroxiapatita obtida. A HAp obtida foi caracterizada por: DRX, FTIR e MEV. Por meio da análise dos resultados obtidos, verifica-se nas condições de síntese utilizadas a glicina apresentou-se mais favorável à obtenção de HAp.

Palavras-chave: hidroxiapatita, reação de combustão, glicina, uréia.

INTRODUÇÃO

Materiais obtidos em escala nanométrica geram um grande interesse e têm apresentado um grau de importância para as futuras aplicações tecnológicas em virtude se suas propriedades químicas e físicas apresentarem-se diferentes em relação aos demais materiais. Dentre os biomateriais, as biocerâmicas têm sido utilizadas com sucesso no corpo humano. Essas são frequentemente usadas em cirurgias ortopédicas e odontológicas, além de apresentarem um elevado potencial para importantes aplicações dentro da indústria de dispositivos médicos.

Tratando-se de biocerâmicas, os fosfatos de cálcio despertam grande interesse biológico e médico devido a sua ocorrência em diferentes espécies animais e no homem. Exemplo é o osso humano que é formado por 20% de componentes orgânicos, 69% de fosfatos de cálcio e 9% de água. Dos componentes orgânicos, pode-se citar o colágeno, a matriz extracelular e os componentes celulares que atuam nos processos de dissolução e formação óssea. A parte inorgânica consiste de uma fase amorfa e uma fase cristalina, formada pela hidroxiapatita (HAp), com fórmula química dada por $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, sem dúvida a mais estudada e a mais utilizada para finalidades clínicas, principalmente por se tratar do componente majoritário da fase mineral dos ossos e dentes ⁽¹⁾.

Além da sua ocorrência biológica, a hidroxiapatita pode ser sintetizada em laboratório por reações de estado sólido e por métodos úmidos. Em virtude da sua crescente aplicação, diversas técnicas têm sido mencionadas na literatura para a sua produção. Dentre estes métodos de síntese pode-se citar: emulsão, hidrotermal, sol-gel, mecanoquímico, microondas, gravitacional e reação de combustão ⁽²⁾.

A tendência atual é o desenvolvimento de técnicas alternativas para a produção da HAp, principalmente aquelas que apresentam um baixo custo, elevado rendimento e produtos finais puros que é o caso do método via reação de combustão. As principais características deste método são a sua capacidade de produzir rapidamente as fases desejadas com elevado grau de pureza, uma melhor homogeneidade e pós ultra finos num único passo. Assim, a viabilidade da produção da HAp através desta técnica foi alvo de estudo deste trabalho, visto que o método apresenta um enorme potencial, tanto economicamente quanto tecnologicamente.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

Para a síntese da HAp os reagentes utilizados foram: Nitrato de cálcio $[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, ortofosfato de diamônio $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, Uréia $[\text{CO}(\text{NH}_2)_2]$, Glicina $(\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2)$ e Ácido Nítrico $[\text{HNO}_3]$.

Métodos

A obtenção da hidroxiapatita via reação de combustão utilizou dois combustíveis diferentes, a glicina e a uréia. A proporção de cada reagente na

A caracterização das amostras obtidas foi feita por Difração de raios-X (DRX), Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Microscopia eletrônica de varredura (MEV).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Difração de Raios-X(DRX)

A Figura 3 ilustra os resultados da caracterização por Difração de Raios-X realizada para as amostras de HAp obtidas por reação de combustão utilizado a uréia e a glicina como combustíveis.

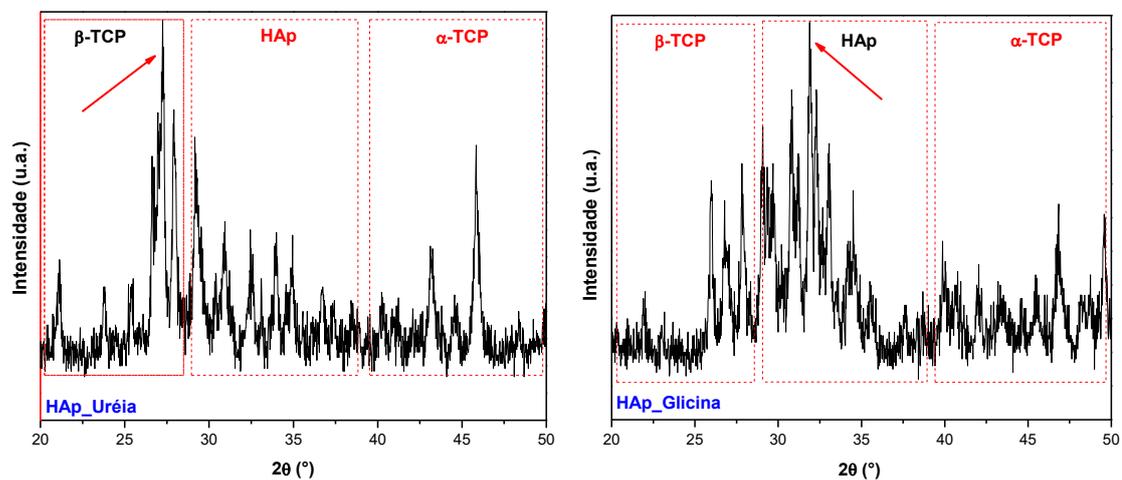


Figura 3 – Difrátogramas de raios-X das amostras de HAp sintetizadas.

Por meio da observação dos resultados de DRX das duas amostras de HAp sintetizadas com os combustíveis uréia e glicina, foram visualizadas para ambas as amostras, picos cristalográficos correspondentes das fases β -fosfato tricálcio (β -TCP) que ocorre entre 20-30°⁽³⁾, hidroxiapatita (HAp) que ocorre entre 30-40°⁽⁴⁾ e α -fosfato tricálcio (α -TCP) que ocorre entre 40-50°⁽⁵⁾. No entanto, observa-se que para a amostra sintetizada com o combustível uréia a fase majoritária foi a β -TCP evidenciada pela presença do pico mais intenso em 27°, enquanto que na amostra sintetizada com o combustível glicina a fase majoritária foi a HAp evidenciada pela presença do pico mais intenso em 32°.

Assim, pela análise dos difratogramas verifica-se que o material obtido na síntese por reação de combustão foi na verdade uma mistura de três fases de fosfatos de cálcio e não a fase hidroxiapatita pura como era desejada.

Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 4 ilustra os resultados da caracterização por Infravermelho com Transformada de Fourier realizada para as amostras de HAp obtidas por reação de combustão utilizando a uréia e a glicina como combustíveis.

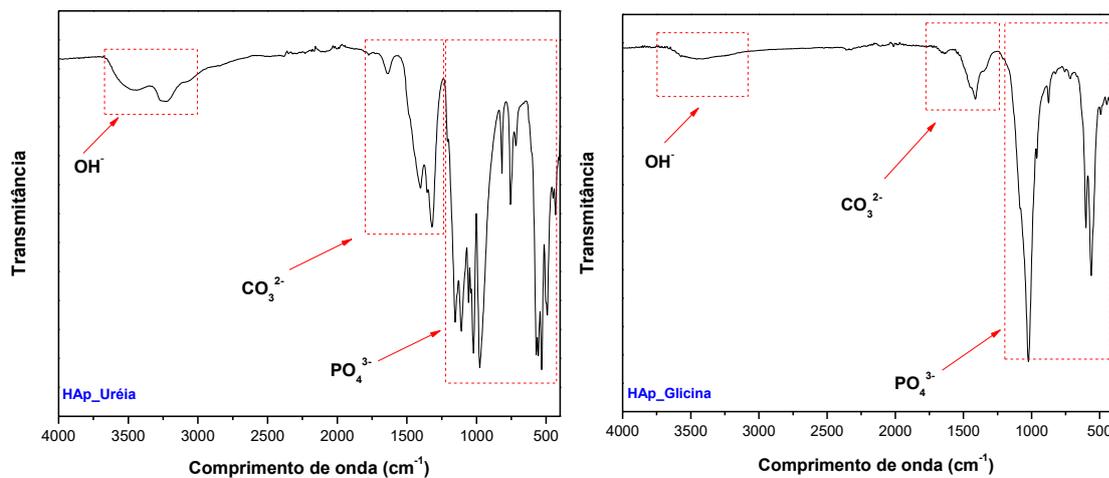


Figura 4 – Espectros de FTIR das amostras de HAp sintetizadas.

Analisando os espectros de FTIR das duas amostras de HAp sintetizadas com os combustíveis uréia e glicina, visualizam-se as mesmas bandas de absorção para as duas amostras, a saber: nas regiões entre 3656 e 3011 cm^{-1} correspondente à ligação O–H da hidroxila; entre 1790 cm^{-1} e 1252 cm^{-1} bandas correspondente ao grupo CO_3^{2-} ; entre 1161 cm^{-1} e 425 cm^{-1} bandas correspondente ao grupo PO_4^{3-} .

Ressalta-se que todas as bandas de absorção visualizadas para as amostras de HAp também foram observadas por Ghosh *et al.* ⁽²⁾ quando estudaram a síntese de nanopartículas de hidroxiapatita pelo método da combustão utilizando os combustíveis uréia e glicina, bem como por Pon-On *et al.* ⁽⁶⁾ que extraiu hidroxiapatita de escama de peixe para uso potencial como *scaffolds* para regeneração óssea.

Os resultados do FTIR corroboram com os resultados do DRX, uma vez que para a amostra de HAp sintetizada com uréia foi obtida uma mistura entre as fases

HAp/ β -TCP/ α -TCP com predominância da fase do β -fosfato tricálcio o que pode ser confirmado pela presença de um número maior de bandas de absorção referentes aos grupos CO_3^{2-} e PO_4^{3-} . Já na mostra de HAp sintetizada com glicina também foi obtida uma mistura entre as fases HAp/ β -TCP/ α -TCP porém com predominância da fase hidroxiapatita.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Figura 5 ilustra os resultados da caracterização por Microscopia Eletrônica de Varredura realizada para as amostras de HAp obtidas por reação de combustão utilizando a uréia e a glicina como combustíveis.

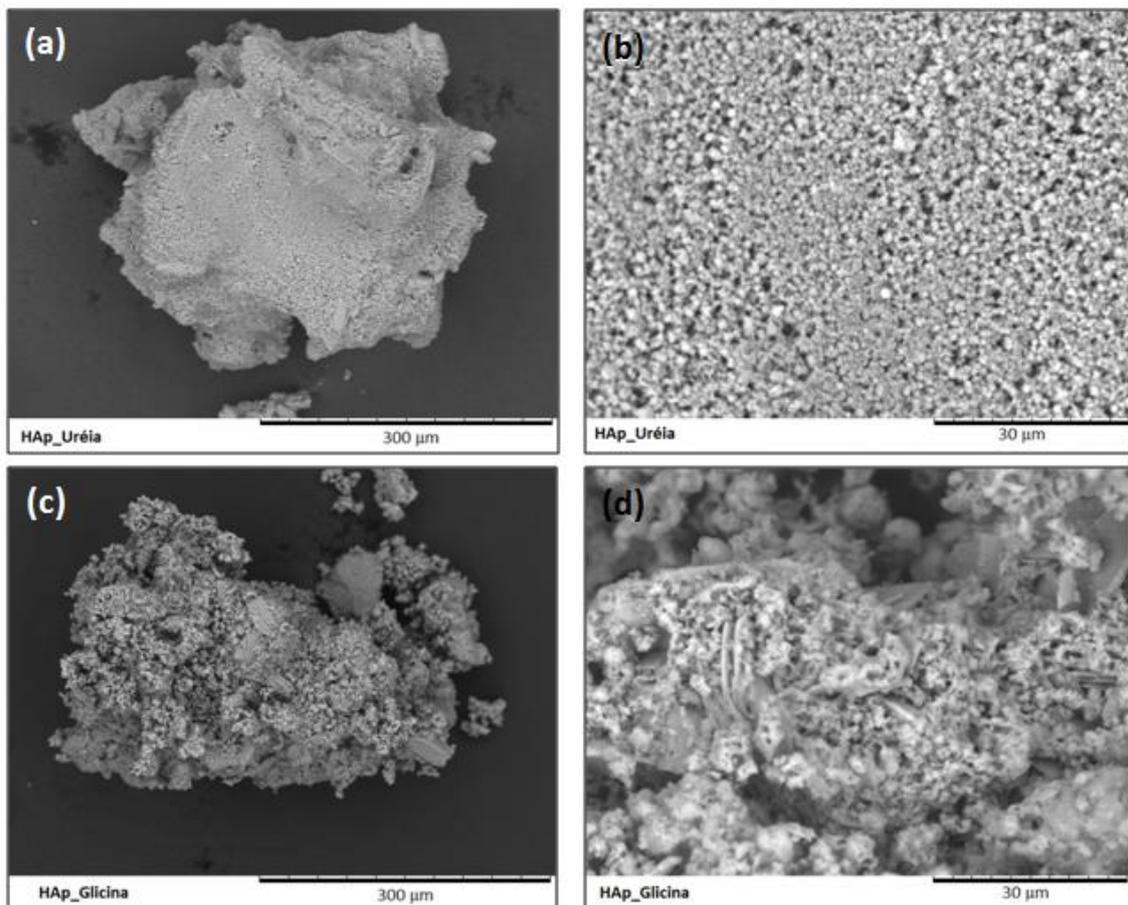


Figura 5 – Micrografias das amostras de HAp sintetizadas. (a) HAp obtida com uréia, aumento de 300X, (b) HAp obtida com uréia, aumento de 2000X, (c) HAp obtida com glicina, aumento de 300X, (b) HAp obtida com glicina, aumento de 2000X.

Analisando os resultados de microscopia eletrônica de varredura para as duas amostras de HAp sintetizadas, observa-se que a utilização dos combustíveis uréia e glicina proporcionaram a obtenção de sólidos na forma de aglomerados porosos.

Na Figura 5a observa-se que a HAp sintetizada com uréia é constituída por aglomerados de tamanho de aproximadamente 300µm. Já na Figura 5b observa-se que esses aglomerados possuem uma distribuição de tamanho estreita e de formato regular aproximadamente esférico com tamanhos em torno de 2,5 µm.

Na Figura 5c observa-se que a HAp sintetizada com glicina também é constituída por aglomerados de tamanho de aproximadamente 300µm. Na Figura 5d observa-se que esses aglomerados possuem uma larga distribuição de tamanhos, de formato irregular com tamanhos que variam de 2,4 a 4,2 µm.

Morfologia semelhante à observada neste trabalho, hidroxiapatita em forma de aglomerados porosos, também foi observada por Pon-On *et al.* ⁽⁶⁾.

CONCLUSÕES

As amostras sintetizadas neste trabalho foram uma mistura de três fases de fosfatos de cálcio (HAp + β -TCP + α -TCP) e não a hidroxiapatita (HAp) pura como era de interesse inicial. Os pós das amostras obtidas foram morfologicamente classificados como aglomerados porosos com tamanhos em torno de 2,5 µm para os pós obtidos com a uréia e entre 2,4 a 4,2 µm para os pós obtidos com a glicina. Por meio dos resultados das caracterizações obtidas conclui-se que nas condições de síntese que tratam este trabalho a glicina foi o combustível mais propício para a síntese da hidroxiapatita uma vez que foi com este combustível que se obteve a maior quantidade da fase HAp desejada.

REFERÊNCIAS

1. TORKITTIKUL, P.; CHAIPANICH, A. *Materials Science & Engineering C*, 32 (2), p. 282-289, 2012.
2. GHOSH, S. K.; ROY, S. K.; KUNDU, B.; DATTA, S.; BASU, D. *Materials Science and Engineering B*, 176, p. 14–21, 2011.
3. GHOSH, R.; SARKAR, R. *Materials Science and Engineering C*, 67, p. 345–352, 2016.

4. MÜLLER, W. E.G.; TOLBA, E.; SCHRÖDER, H. C.; MUÑOZ-ESPÍ, R.; DIEHL-SEIFERT, B.; WANG, X. *Acta Biomaterialia*, 31, p. 358–367, 2016.
5. CARRODEGUAS, R. G.; AZA, S. D. *Acta Biomaterialia*, 7, p. 3536–3546, 2011.
6. PON-ON, W.; SUNTORNSARATOON, P.; CHAROENPHANDHU, N.; THONGBUNCHOO, J.; KRISHNAMRA, N.; TANG, I. M. *Materials Science and Engineering C*, 62, p. 183–189, 2016.

ANALYSIS OF THE FUEL INFLUENCE IN OBTAINING HAP BY COMBUSTION REACTION

ABSTRACT

The search for new materials for biomedical applications has led to investigation of the calcium phosphate bioceramics, and in particular hydroxyapatite (HAp), being a material similar to bone tissue, with excellent biocompatibility and high osteoconduction, enabling bone regeneration which allows the use at implants and prostheses. The synthesis of the nanometric HAp by combustion reaction enables obtaining the nanometric HAp with a more similar structure biological apatite as possible. This work aims to synthesize HAp by combustion reaction using two different routes of synthesis, first, using urea as fuel and the second using glycine, after this, evaluate the influence of fuels used in the microstructure of the hydroxyapatite obtained. The HAp obtained was characterized by: XRD, FTIR and SEM. Through analysis of the results, there is the synthesis conditions used that glycine has performed more favorable to obtaining HAp.

Keywords: hydroxyapatite combustion reaction, glycine, ureia.