

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE PÓS DE FOSFATO TRICÁLCIO- β E DE HIDROXIAPATITA: ELABORAÇÃO DE BIFÁSICOS HA/TCP- β PARA APLICAÇÕES COMO SUBSTITUTO ÓSSEO

De Oliveira, D.M.P.^{1,a}, Dalmonico, G.M.L.^{2,b}, Camargo, N.H.A.^{3,c},
Gemelli, E.^{4,d}.

^{1,2,3,4}Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC), Centro de Ciências Tecnológicas (CCT), Campus Universitário Prof. Avelino Marcante S/N - Bairro Bom Retiro – Joinville - SC – Brasil CEP: 89223 - 100 - CX. Postal 631 - Fone (0xx47) 431-7200 - Fax (0xx47) 431-7240

e-mail: ^adaniellapinheiro@gmail.com, ^bgidalmonico@gmail.com,
^cdem2nhac@joinville.udesc.br, ^ddma2ec@joinville.udesc.br.

Resumo. Os biomateriais bifásicos hidroxiapatita/fosfato tricálcio-beta são na atualidade desenvolvidos por diferentes técnicas de sínteses e vem sendo estudados como substitutos ósseos na engenharia. Isto se deve, por estes biomateriais apresentarem boas características de biocompatibilidade, bioatividade, melhor controle de dissolução nos processos de absorção e formação de tecido ósseo quando aplicados in vivo. Estas biocerâmicas vêm sendo empregadas como substitutos ósseos, por apresentarem microestruturas microporosas, o que tem contribuído significativamente nos processos de osseointegração, osseointuição e na formação do novo tecido ósseo. Este trabalho teve como objetivo a síntese e caracterização das composições de fosfato tricálcio-beta, da hidroxiapatita, sendo que anteriormente foram sintetizadas as composições de fosfatos na razão Ca/P = 1,6 e 1,7molar pelo método via úmida. O pó recuperado da síntese foi seco em evaporador rotativo. Posteriormente calcinado a 900°C/2h, para obtenção das fases fosfato tricálcio-beta e hidroxiapatita. A seguir, realizou-se a elaboração dos bifásicos hidroxiapatita/fosfato tricálcio-beta 60% /40% em volume, através do método de fragmentação mecânica em moinho atritor. Os resultados obtidos da difração de raios X (DRX) evidenciaram em seus difratogramas, para os pós obtidos da secagem em evaporador a presença da fase fosfato hidratado na composição Ca₃(PO₄)₂ H₂O. Já para os pós obtidos da calcinação a 900°C/2h, constatou-se nos difratograma a fase fosfato de cálcio-beta para a composição na razão Ca/P = 1,6molar e fase hidroxiapatita para a composição na razão Ca/P = 1,7molar. Para a composição bifásica 60%/40% em volume, constataram-se em seu difratograma as fases fosfato tricálcio-beta e hidroxiapatita. Os estudos realizados utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) sobre o pó obtido da secagem em evaporador rotativo, mostrou em suas micrografias uma morfologia formada por finas partículas nanométricas aglomeradas com tamanho d < 20nm. Já para o pó obtido da calcinação a 900°C/2h observou-se a coalescência dos cristalitos elementares do fosfato de cálcio e da hidroxiapatita. O resultado do comportamento térmico obtido pelo método de análise térmica exploratória diferencial (DSC), evidenciou os picos e as temperaturas de formação da fase do fosfato tricálcio e da hidroxiapatita.

Palavras-chaves: Fosfato Tricálcio- β , Hidroxiapatita, Bifásicos, Caracterização.

1. INTRODUÇÃO

Os biomateriais surgem dos avanços científicos e tecnológicos impulsionados pela demanda por novos materiais. Um dos segmentos em ascensão na área de biomateriais é o desenvolvimento de estruturas cerâmicas à base de fosfato de cálcio, tendo em vista a sua biocompatibilidade, características físico-químicas, microestruturais e propriedades mecânicas similares aos dos tecidos duros [1,2]. Dentre muitos dos materiais sintéticos atuantes nesta área, destacam-se as cerâmicas à base de fosfatos de cálcio, como hidroxiapatita (HA), fosfato tricálcico- β (TCP- β) e a composição bifásica dos dois. Os fosfatos de cálcio são totalmente aceitos pelo meio fisiológico, são osteocondutores e têm provado excelência na substituição óssea, permitindo taxas de reabsorção/substituição muito favoráveis [3,4]. Cristalográficamente, a HA é mais similar ao osso natural do que o TCP- β , porém, a razão de reabsorção da HA é extremamente baixa comparada com a do TCP- β . A velocidade de dissolução do TCP- β é de 3 a 12 vezes maior do que para HA estequiométrica [5]. Foi avaliada, em estudos comparativos, a reabsorção dos implantes *in vivo* em função da composição, sendo observado um comportamento de reabsorção da seguinte forma: HA < TCP- β < TCP- α , embora esta tendência também seja influenciada pela densidade, distribuição de tamanho de poros, área de superfície específica e pH do meio [6,7,8]. As cerâmicas bifásicas HA/TCP- β apresentam comportamento intermediário de degradação e à medida que a reabsorção ocorre, a substituição pelo tecido ósseo é adaptada para o seu crescimento. Este fenômeno representa o elemento diferencial do desempenho biológico das bifásicas [9]. Quando porosas, estas cerâmicas podem proporcionar uma fixação biológica, que é característica de materiais com grande quantidade de poros interconectados, permitindo uma incorporação bem sucedida do material no leito ósseo [10, 11].

Este trabalho teve como objetivo a otimização do processo de síntese de pós nanoestruturados de fosfato de cálcio pelo método via úmida, através da reação de dissolução-precipitação do CaO pela adição da solução de ácido fosfórico a suspensão coloidal. Onde variou-se a relação atômica Ca/P em 1,6 e 1,7 para obtenção das fases TCP- β e HA após calcinação a 900°C/2h. O foco foi a elaboração dos bifásicos de hidroxiapatita/fosfato tricálcio-beta na proporção 60%/40% em volume, através do método de fragmentação mecânica em moinho atritor. Os resultados apresentados estão relacionados aos estudos de caracterização morfológica, mineralógica e do comportamento térmico.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

A figura 1 apresenta o fluxograma geral de síntese e caracterização do pó de fosfato tricálcio- β , de hidroxiapatita e do bifásico HA/TCP- β . O fluxograma implica na utilização do processo via úmida para obtenção dos pós nanoestruturados de fosfato de cálcio, e

posteriormente o tratamento térmico a 900°C/2h para a obtenção da fase TCP- β e fase Hidroxiapatita. A elaboração dos bifásicos foi realizada a partir da mistura das duas fases, em uma proporção de 60%HA/40%TCP- β no moinho atritor. Para síntese do pó nanoestruturado de fosfato de cálcio, utilizou-se o pó de óxido de cálcio (CaO) obtido da calcinação a 900°C por 3 horas em um forno tipo mufla do CaCO₃, fornecido pelo laboratório CINÉTICA Reagentes e Soluções, com pureza de 98%, lote n° 14.918, e o óxido de fósforo (P₂O₅) fornecido pelo laboratório Vetec, com pureza de 98%, lote n° 0801335. Para a síntese das composições, utilizou-se o método via úmida, pela reação de dissolução-precipitação, envolvendo fase sólida/líquida de CaO e ácido fosfórico necessária, para formação das diferentes composições na relação Ca/P molar. A dispersão do CaO em água destilada mantida sob agitação mecânica por 2 horas resultou no percussor coloidal. A formação da biocerâmica de fosfato de cálcio ocorreu através da incorporação da solução de ácido fosfórico gota a gota ao colóide a uma velocidade de 2ml/min. Esta suspensão permaneceu por 2 horas sob agitação mecânica. A seguir, acrescentou-se lentamente a solução ácida por gotejamento ao colóide, em uma concentração necessária para formação da composição Ca/P = 1,6 molar e Ca/P = 1,7 molar. Após a incorporação da solução ácida, iniciou-se a formação de precipitados de fosfato de cálcio hidratados, e o colóide permaneceu sob agitação mecânica durante 24 horas, a fim de se obter uma melhor homogeneização dos precipitados de fosfato de cálcio. Depois o colóide foi introduzido dentro de um balão tipo pêra e acoplado a um evaporador rotativo, para eliminação do solvente. O pó nanoestruturado recuperado do evaporador rotativo passou pelo processo de moagem e peneiramento na malha # 140 μ m ABNT. O pó nanoestruturado obtido do peneiramento foi calcinado a temperatura de 900°C/2h. A calcinação a 900°C/2h do pó formado a partir da composição de razão molar Ca/P=1,6 resultou na formação da fase fosfato tricálcio- β , conforme mostrou o estudo de difratometria de raios X, e a calcinação a 900°C/2h do pó formado a partir da composição de razão molar Ca/P=1,7 resultou na formação da fase hidroxiapatita. Para elaboração do bifásico utilizou-se 60% de hidroxiapatita e 40% de fosfato tricálcio- β , que passaram pelo processo de fragmentação mecânica no moinho atritor por 2 horas. Em seguida o bifásico foi seco no evaporador rotativo, e peneirado em uma malha # 500 μ m ABNT.

Os estudos de caracterização foram realizados pela técnica de microscopia eletrônica de varredura, através do sistema de elétrons secundários (SE), para identificação morfológica dos pós. As amostras foram preparadas cuidadosamente, uma fita de carbono dupla face foi fixada na superfície lisa do disco, onde foi realizada a deposição da amostra em forma de pó. Posteriormente todas as amostras foram submetidas ao processo de metalização por sputtering, marca Bal-Tec modelo SCD 050 Sputter Coater, sendo o método de deposição por ionização do gás argônio. Os parâmetros para metalização foram; temperatura na câmara de metalização de 23°C, corrente de 40mA, tensão de 2KV e tempo de deposição de 120segundos, fornecendo um filme de ouro sobre a superfície das amostras. Os estudos de caracterização mineralógica foram realizados, com ajuda de um difratômetro de raios X marca SHIMADZU modelo XRD_6000, com antecátodo todo de cobre, tensão de 40 kv, intensidade

de corrente de 30mA, com intervalo de varredura de 5° a 80°, com velocidade do goniômetro de 2°/min em função de 2θ. O método de calorimetria exploratória diferencial (DSC) e termogravimétrica (TG) foram utilizados para o estudo do comportamento térmico. Foram realizados em um equipamento da marca NETZSCH modelo Júpiter STA 449 C, com sensibilidade de 1,00000 µV/mW. Os ensaios foram realizados utilizando-se aproximadamente 23mg de pó para cada ensaio. As condições de ensaio para estes métodos de DSC e TG foram às seguintes: velocidade de aquecimento das amostras de 10°C/min até a temperatura de 1400°C, e atmosfera inerte de gás nitrogênio com fluxo de 70ml/min.

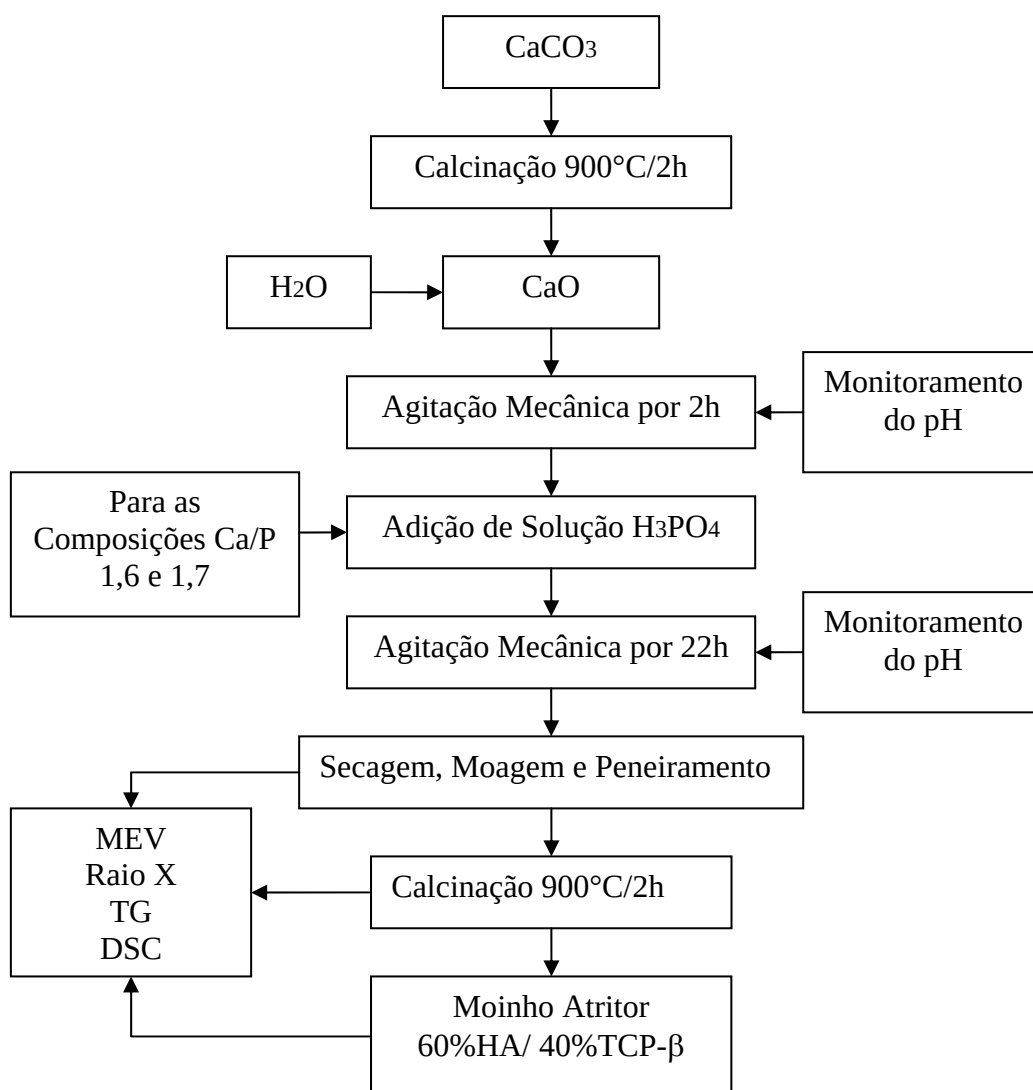


Figura 1 – Fluxograma geral da síntese e caracterização dos pós de fosfato tricálcio-β, hidroxiapatita e bifásico 60%HA/40%TCP-β.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Difratometria de Raios X

Os resultados obtidos pela difratometria de raios X, sobre os pós recuperados da secagem em evaporador rotativo evidenciou em seu espectro, para a composição Ca/P=1,6 molar e Ca/P=1,7 molar, a presença de fosfato de cálcio hidratado na composição $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (ficha: 18-0303), conforme pode ser visto em seus espectros de raios X ilustrados pelas (Fig. 2a e Fig. 2b).

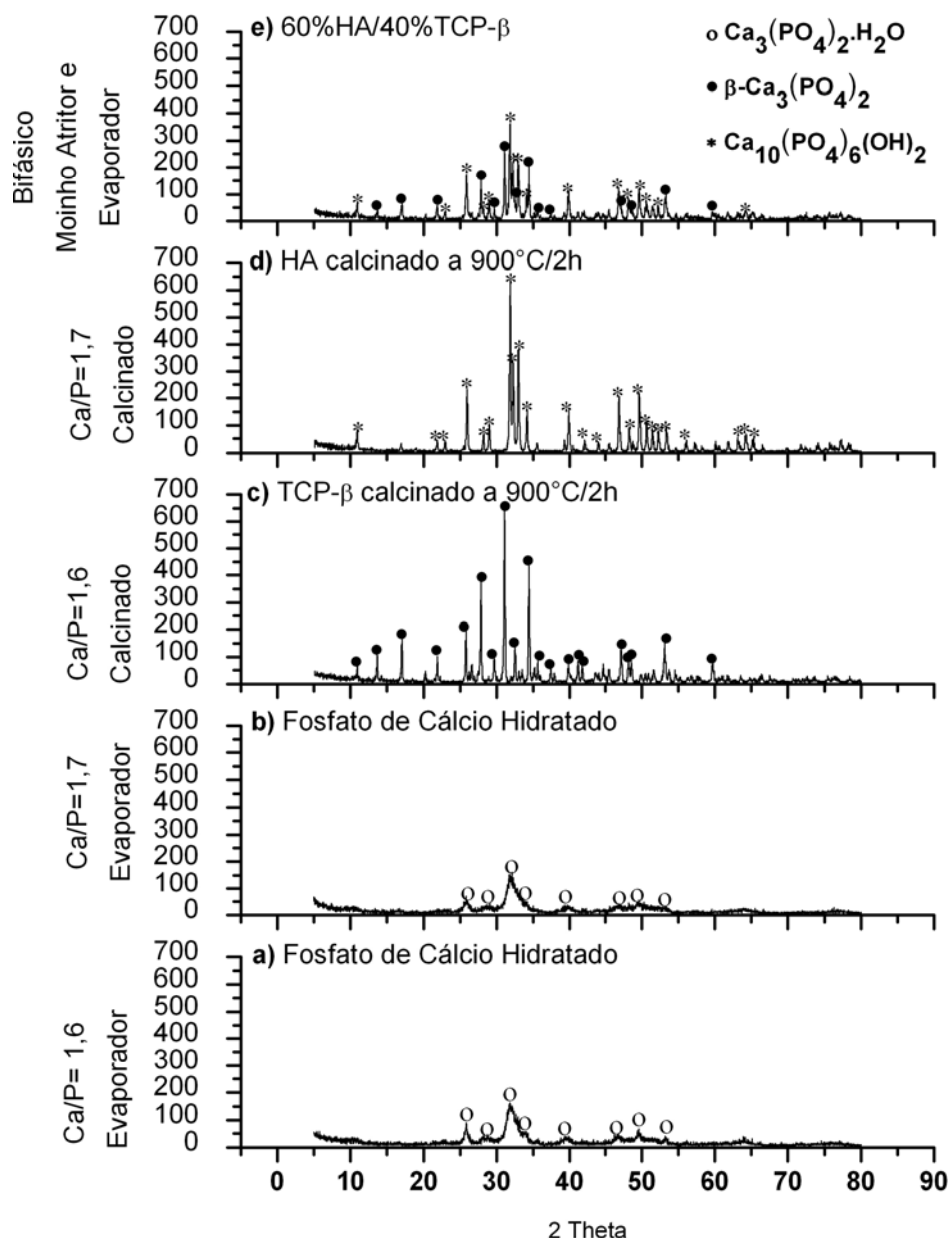


Figura 2 – Difratometria de raios X das amostras obtidas dos pós recuperados do evaporador rotativo de composição molar Ca/P=1,6 **(a)**, e composição molar Ca/P=1,7 **(b)**; difratometria de raios X dos pós calcinados a 900°C/2h da composição molar Ca/P=1,6 **(c)**, e composição molar Ca/P=1,7 **(d)**; e difratometria dos bifásicos elaborados com 60%HA/40%TCP-β **(e)**.

A difratometria de raios X realizada sobre o pó de composição Ca/P=1,6 molar após calcinação a 900°C por 2h, revelou a presença da fase fosfato tricálcio-beta, na composição β -Ca₃(PO₄)₂ (ficha n°. 09-0169), apresentando plano principal de difração [021], como mostra (Fig. 2c). Para o pó de composição Ca/P=1,7 molar calcinado a 900°C por 2h, constatou-se a presença da fase hidroxiapatita, na composição (Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂) (ficha n°. 74-0565) (Fig 2d), apresentando plano principal de difração [211].

Para o pó bifásico contendo 60% de hidroxiapatita e 40% de fosfato tricálcio-beta, após processo de moagem em moinho atritor, o resultado obtido do estudo de difratometria evidenciou a presença das duas fases distribuídas, hidroxiapatita (Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂) e fosfato de cálcio (Ca₃(PO₄)₂), como apresentado na (Fig. 2e)

3.2 Termogravimetria e Calorimetria Exploratória Diferencial

Os resultados do estudo do comportamento térmico pelo método de análise térmica por calorimetria exploratória diferencial (DSC) e termogravimetria (TG) (Fig.3), sobre o pó nanoestruturado de fosfato de cálcio com composição Ca/P=1,6 molar recuperado do evaporador rotativo, mostram na curva (A) (TG), a perda de massa contínua indicando liberação de água absorvida na superfície das nanopartículas e adsorvida na estrutura do pó nanoestruturado. Já para a curva (B) (DSC), observa-se pequena elevação da curva a aproximadamente 400°C, indicando a desidroxilação do pó nanoestruturado. Em aproximadamente 650°C, observa um pico exotérmico na curva(B) que indica a transformação da fase de fosfato tricálcio-beta. Em aproximadamente 1132°C, constata-se um pico exotérmico, indicando a formação de outra fase.

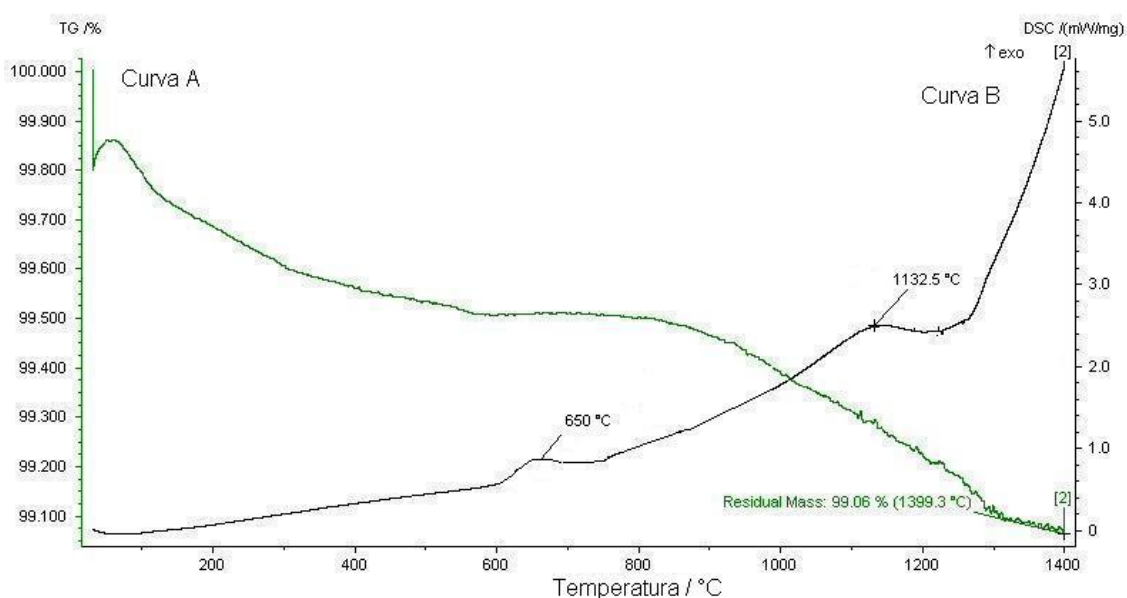


Figura 3 – DSC e TG para o pó de composição Ca/P=1,6 molar recuperado do evaporador.

A análise térmica realizada sobre o pó de fosfato tricálcio-beta obtido após calcinação a 900°C por 2 horas, mostrou na curva (A) (TG), a perda de massa contínua e na a curva (B)

(DSC), observa-se pequena elevação da curva a aproximadamente 400°C, indicando a desidroxilação do pó nanoestruturado. E podemos concluir também que até aproximadamente a temperatura de 1132°C, não ocorre mais nenhuma formação fase, isso indica que a fase TCP- β continua estável até essa temperatura, e a partir dela ocorre outra transformação de fase (Fig. 4).

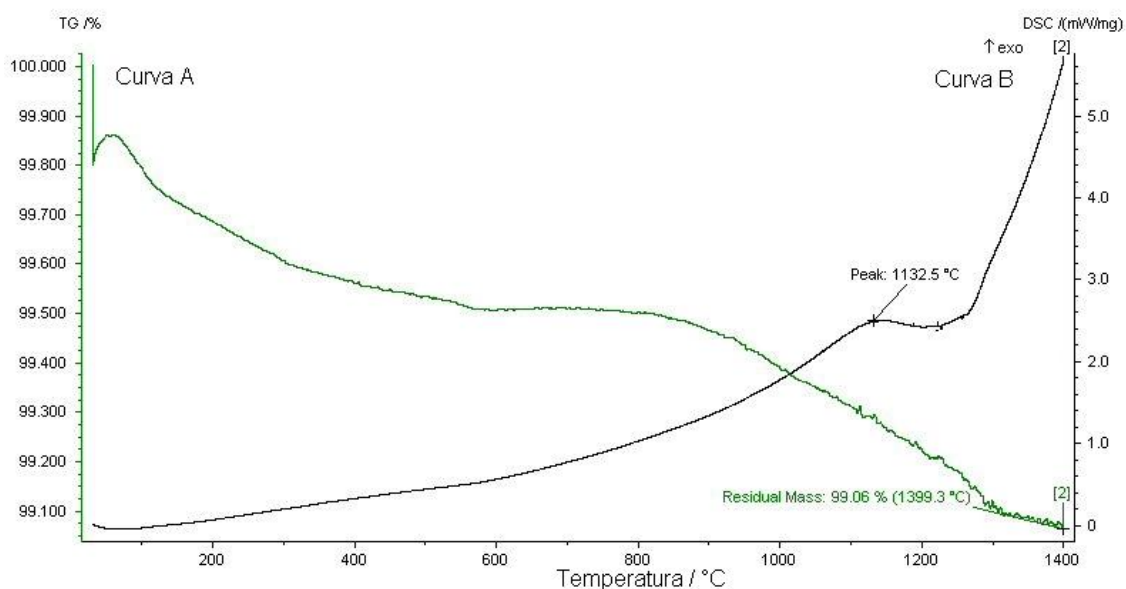


Figura 4 – DSC e TG para o pó de TCP- β obtido da calcinação a 900°C/2h.

Os resultados do estudo do comportamento térmico pelo método de análise térmica por calorimetria exploratória diferencial (DSC) e termogravimetria (TG), para o pó nanoestruturado de fosfato de cálcio com composição Ca/P=1,7 molar recuperado do evaporador (Fig. 5), mostram na curva (A) TG a perda de massa contínua indicando liberação de água absorvida na superfície das nanopartículas e adsorvida na estrutura do pó nanoestruturado.

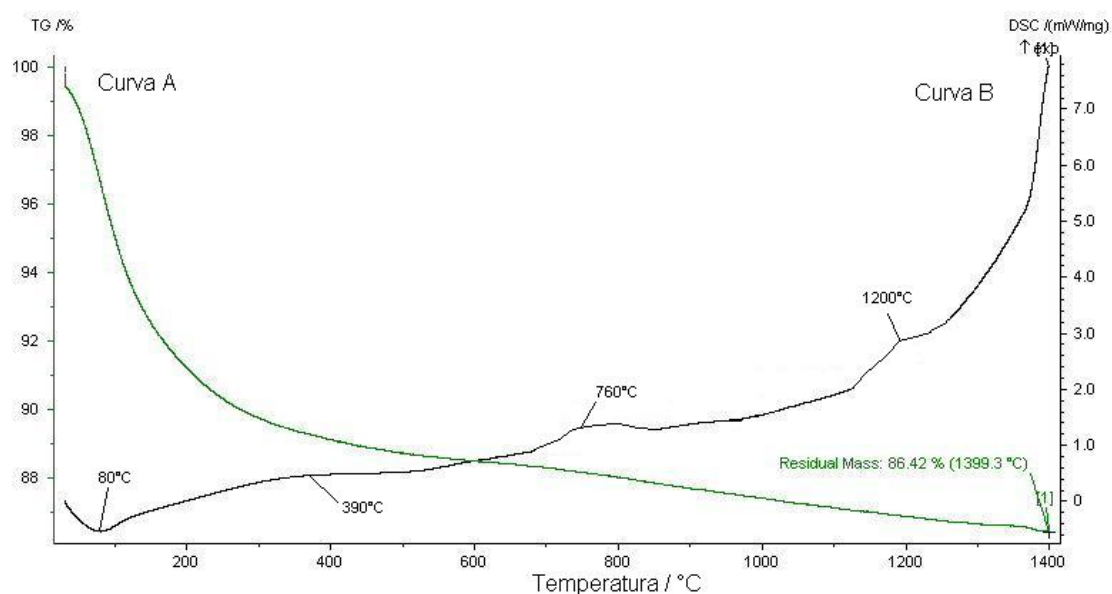


Figura 5 – DSC e TG para o pó de composição Ca/P=1,7 molar recuperado do evaporador.

Já para a curva (B) DSC (Fig5), observa-se um pico endotérmico aproximadamente 80°C, indicando a perda de água absorvida, sem modificação na estrutura do pó nanoestruturado. Em aproximadamente 390°C, constata-se uma pequena elevação da curva DSC, indicando a desidroxilação do pó nanoestruturado. Já em aproximadamente 760°C, observa um pico exotérmico na curva(B) que indica a transformação da fase de hidroxiapatita. Em aproximadamente 1200°C, constata-se o pico exotérmico, indicando a formação da fase fosfato de tricálcio- β (TCP- β).

A figura 6, ilustra as curvas (A) TG e (B) DSC, obtidas sobre o pó de hidroxiapatita, obtido da calcinação a 900°C/2h. Constata-se na curva (A) TG, uma perda de massa contínua. Para a curva (B) DSC, observa-se um pico endotérmico aproximadamente a 85°C, indicando a liberação de água absorvida na superfície das partículas, sem modificação da estrutura cristalina, conforme observado na curva de DSC. Em aproximadamente 380°C observa-se uma leve elevação da curva (B) indicando a desidroxilação do pó nanoestrutura de hidroxiapatita. Em aproximadamente 1180°C, constata-se outra elevação exotérmica, indicando a transformação da fase fosfato de cálcio- β .

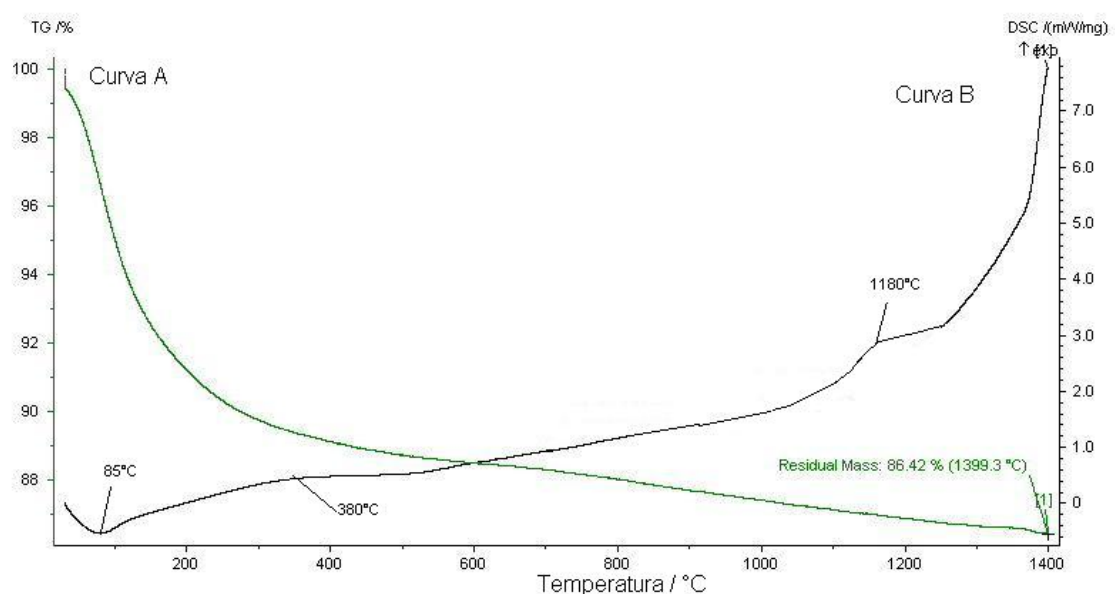


Figura 6 – DSC e TG para o pó de hidroxiapatita obtido da calcinação a 900°C/2h.

O estudo do comportamento térmico sobre o pó bifásico com 60%HA/40%TCP-b em volume, recuperado do evaporador após fragmentação mecânica no moinho atritor (Fig.7), evidenciou na curva (A) TG a perda de massa contínua indicando liberação de água absorvida e adsorvida. E na curva (B) DSC, observa-se um pico endotérmico aproximadamente 80°C, indicando a perda de água absorvida, sem modificação na estrutura. Em aproximadamente 363°C, constata-se uma pequena elevação da curva DSC, indicando a desidroxilação do pó nanoestruturado. Já em aproximadamente 690°C, observa-se um pico exotérmico na curva(B) que indica a transformação da fase. Em aproximadamente 1183°C, constata-se um pico exotérmico, indicando outra transformação de fase.

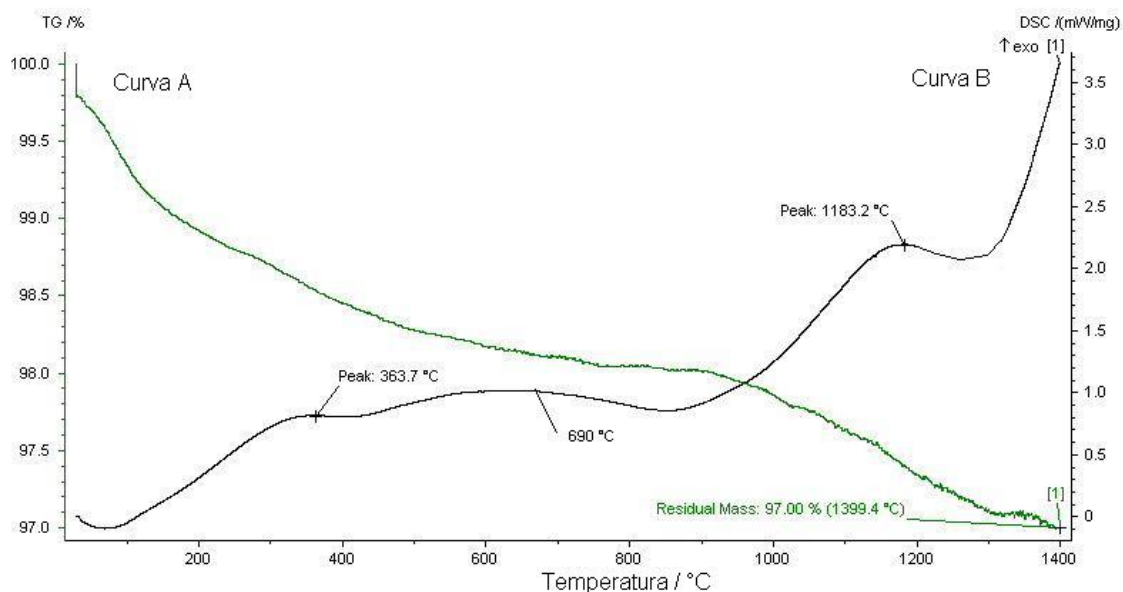


Figura 7 – DSC e TG para o pó bifásico 60%HA/40%TCP-β.

3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

Os resultados dos estudos de caracterização da morfologia dos pós de fosfato de cálcio de composição Ca/P=1,6 molar (Fig. 8a) e Ca/P=1,7 molar (Fig. 8b) obtidos do evaporador rotativo, evidenciaram em suas micrografias uma morfologia formada por finas partículas aglomeradas de tamanho inferiores a 20nm ($d < 20\text{nm}$) como pode ser visto na (Fig. 8).

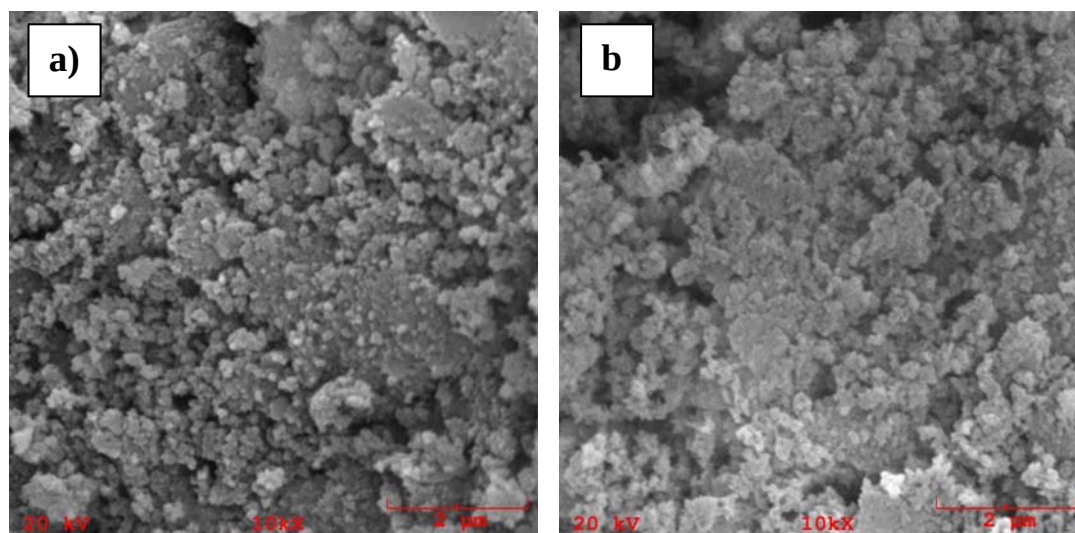


Figura 8 – Ilustra a morfologia dos pós recuperados do evaporador rotativo de composição molar Ca/P=1,6 (a), e composição molar Ca/P=1,7 (b).

Para os pós que depois da calcinação a 900°C/2h, apresentaram a presença das fases fosfato tricálcio-beta (Fig 9a) e hidroxiapatita (Fig. 9b), observou-se a coalescência dos cristais elementares de fosfato de cálcio, apresentando uma morfologia formada por finas partículas

equi-axiais com tamanho inferior a 200nm. O estudo também mostra que as partículas de fosfato de cálcio-beta obtiveram maior crescimento em relação às partículas de hidroxiapatita.

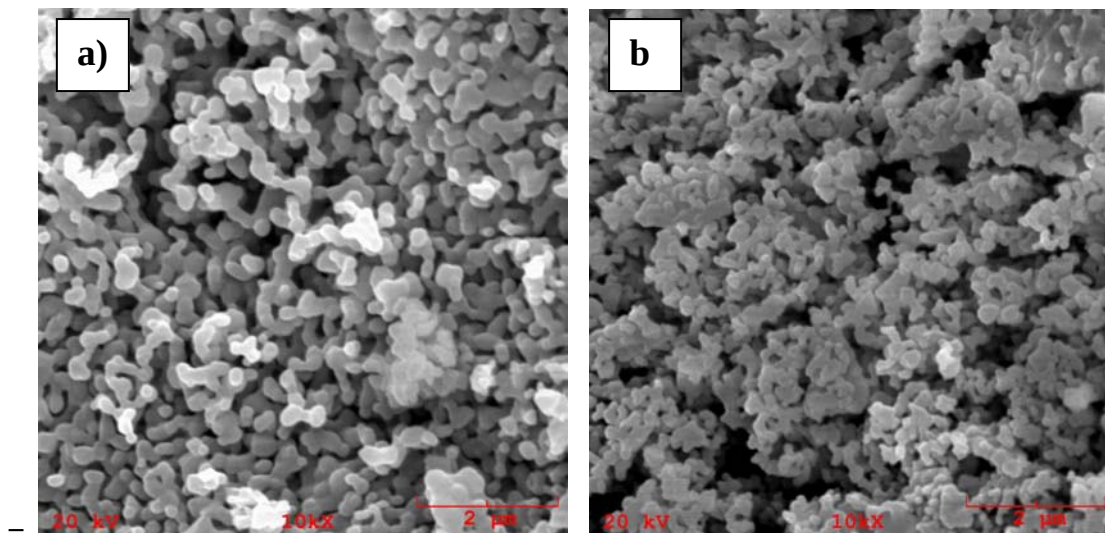


Figura 9 – Ilustra a morfologia dos pós calcinados a 900°C/2h da composição molar Ca/P=1,6 (TCP-β) **(a)**, e composição molar Ca/P=1,7 **(b)** (hidroxiapatita).

Para o pó bifásico contendo 60% de hidroxiapatita e 40% TCP-β obtidos da fragmentação em moinho atritor (Fig. 10), constatou-se que houve uma boa dispersão das partículas de hidroxiapatita e TCP-β, e que não houve modificação de fase como visto na difratometria de raios-X, e comprovado também pela análise térmica, já que não atingimos a temperatura acima de 1180°C. Nota-se que o tamanho das partículas manteve-se numa média das duas fases, o que a morfologia é formada por finas partículas equi-axiais com tamanho inferior a 200nm. Verificamos que o pó também apresenta uma boa porosidade.

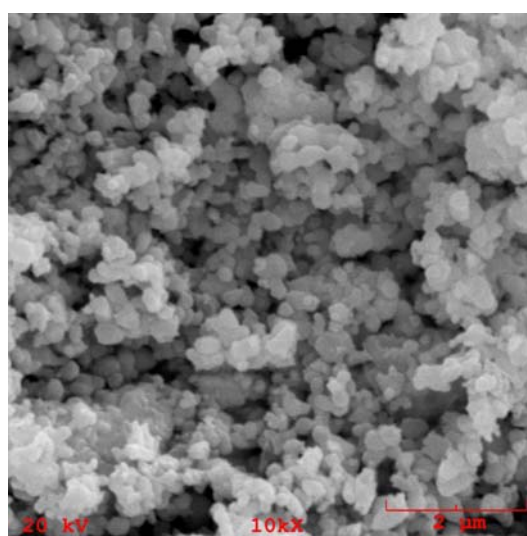


Figura 10– Ilustra a morfologia dos bifásicos elaborados com 60%HA/40%TCP-β .

4. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos indicaram que o método de síntese via úmida sólido/líquido, permitiu a obtenção de pós nanoestruturados formados por finas partículas nanométricas aglomeradas para as composições Ca/P= 1,6 molar e Ca/P=1,7 molar. Os estudos de caracterização morfológica colocaram em evidência que para as composições Ca/P de 1,6 e 1,7 após calcinação a 900°C/2h ocorreu a coalescência dos cristais elementares de fosfato de cálcio, com morfologia formada por finas partículas equi-axiais com tamanho inferior a 200nm. E para o pó bifásico verificou-se que houve uma boa dispersão das partículas de hidroxiapatita e TCP- β , e que não houve modificação de fase. Os resultados obtidos da difração de raios-X, evidenciaram em seus difratogramas a presença das fases trifosfato cálcio- β , e hidroxiapatita. Os resultados da difratometria de raios X evidenciaram a presença das fases: fosfato de cálcio hidratado para os pós obtidos da secagem no evaporador, e a presença da fase fosfato de cálcio- β após calcinação a 900°C/2h do pó sintetizado com composição Ca/P=1,6, e a presença da fase hidroxiapatita após calcinação a 900°C/2h do pó sintetizado com composição Ca/P=1,7. Para os bifásicos ficou evidente a presença das duas fases. O estudo do comportamento térmico por DSC revelou em suas curvas os picos exotérmicos indicando a formação da fase fosfato de cálcio- β e hidroxiapatita.

5. AGRADECIMENTOS

A CAPES, pela bolsa de mestrado.

A FINEP, pelo apoio através dos equipamentos obtidos pelo projeto referente ao edital. CT-INFRA/Institucional FINEP/01/2001.

Ao CCT/UDESC-Joinville, pela infra-estrutura laboratorial.

6. REFERÊNCIAS

- [1] HSU, C. A.; **Termochimica** **2002**, 392-393, 157.
- [2] IVANOVA, T. I.; FRANK-KAMENSKAYA, O. V.; KPL'TSOV, A. B.; UGOLKOV, V. L.; **J. Solid State Chem.** 2001, 160, 340.
- [3] LEGEROS R. Z, **Calcium phosphate in oral biology and medicine**. Monographs in Oral, 15, 1991.
- [4] GAUTHIER, O.; GOYENVALLE, E.; BOULER, J. M.; GUICHEUS, J.; PILET, P.; WEISS, P.; DACULSI, G. Macroporous biphasic calcium phosphate ceramics versus injectable bone substitute: a comparative study 3 and 8 weeks after implantation in rabbit bone **J. Mat. Sci: Materials in medicine**, v. 12, p. 385-90, 2001.
- [5] VALLET-REGÍ, M.; GONZÁLEZ-CALBERT, J.M. **Calcium phosphate as substitution of bone tissues. Progress in Solid state Chemistry**, **32**, p. 1-31, 2004.
- [6] DE GROOT. K. **Clinical usefulness of calcium phosphate ceramics**. Zahnarztl Mitteil; 75, p. 1938-40, 1985.
- [7] TENHUISEN, K.; BROWN, P. W. Formation of calcium-deficient hydroxyapatite from tricalcium phosphate. **Biomaterials**. v. 19, p. 2209-17, 1998.
- [8] RENOO, J.W.; HOOGENDOORN, H. A.; VISSER, W. J.; LENTFERINK, R. H.; WITTEBOL, F. Bioresorption of ceramic strontium-85-labeled calcium phosphate implants in dog femoral. **P. Clin. Orthopedic RelatRes**. 197, p. 272-285; 1985.

- [9] LU, J.; DESCAMPS, M.; DEJOU, J.; KOUBI, G.; HARDOUIN, P.; LEMAITRE, J.; PROUST, JEAN-PIERRE. The biodegradation mechanism of calcium phosphate biomaterials in bone. *J. Biomed Mater Res.*, 63, 408-412, 2002.
- [10] DACULSI, G.; LE GROS, R. Z.; NERY, E.; LYNCH, K.; KEREBEL, B. Transformation of biphasic calcium phosphate ceramics in vivo: ultrastructural and physicochemical characterization. *J. Biomed. Mater. Res.* 23, p. 883-94; 1989.
- [11] BOULER, JEAN-MICHEL; DACULSI, GUY. In vitro carbonated apatite precipitation calcium phosphate pellets presenting various HAp- β -TCP ratios. *Key Engineering Materials* 192-195; p. 119-22, 2001.

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF POWDERS OF BETA-TRICALCIUM PHOSPHATE AND HYDROXYAPATITE : ELABORATION OF HAP/BETA-TCP BIPHASIC FOR APPLICATIONS AS BONE SUBSTITUTE

De Oliveira, D.M.P.^{1,a}, Dalmonico, G.M.L.^{2,b}, Camargo, N.H.A.^{3,c},
Gemelli, E.^{4,d}

^{1,2,3,4}Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC), Centro de Ciências Tecnológicas (CCT), Campus Universitário Prof. Avelino Marcante S/N - Bairro Bom Retiro – Joinville - SC – Brasil CEP: 89223 - 100 - CX. Postal 631 - Fone (0xx47) 431-7200 - Fax (0xx47) 431-7240

e-mail: ^adaniellapinheiro@gmail.com, ^bgidalmonico@gmail.com,

^cdem2nhac@joinville.udesc.br, ^ddma2ec@joinville.udesc.br.

Abstract. The biphasic hydroxyapatite/beta-tricalcium phosphate biomaterials are currently developed by different techniques of synthesis and they are studied as bone substitutes in engineering. This is due, these biomaterials present good biocompatibility, bioactivity, better control of dissolution in the processes of absorption and bone formation when applied in vivo. These bioceramics have been used as bone substitutes because they present microporous microstructures, which has contributed significantly in the process of osseointegration, osseointegration and in formation of new bone tissue. This work was aimed at the synthesis and characterization of compositions beta-tricalcium phosphate, hydroxyapatite, that previously was synthesized compositions of phosphates in ratio Ca / P = 1.6 and 1.7 molar by the wet method. The powder recovered from the synthesis was dried in a rotary evaporator and subsequently calcined at 900 ° C/2h for obtain beta-tricalcium phosphate and hydroxyapatite phase. After, there was the preparation of biphasic hydroxyapatite / beta-tricalcium phosphate 60% / 40% by volume, by the method of fragmentation mechanical in attritor mill. The results of X-ray diffraction (XRD) showed in their diffraction patterns for the powders obtained from the drying in evaporator, the presence of hydrated phosphate phase, composition Ca₃ (PO₄)₂ H₂O. As for the powders obtained from calcination at 900 ° C/2h, it was found in the diffractogram calcium phosphate-beta phase for the composition of the ratio Ca / P = 1.6 molar and hydroxyapatite phase for the composition of the ratio Ca / P = 1.7 molar. For composition biphasic 60% / 40% by volume, was evidenced the present of the two-phase in its diffractogram, beta-tricalcium phosphate and hydroxyapatite phases. Studies using the technique of scanning electron microscopy (SEM) on the powder obtained by drying in a rotary evaporator, in their micrographs showed a morphology consisting of fine particles agglomerates with nanometric size d < 20nm. As for the powder obtained from calcination at 900 ° C/2h was observed the coalescence of elemental crystallites of calcium phosphate and hydroxyapatite. The result of the thermal behavior obtained by the method of differential scanning thermal analysis (DSC) showed the peaks and the temperatures of phase formation of tricalcium phosphate and hydroxyapatite.

Keys words: beta-tricalcium phosphate, hydroxyapatite, biphasic, characterization.