



SÍNTESIS HIDROTÉRMICA Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE HIDROXIAPATITA

Gloria M. Hernández*, Rodrigo Parra, María A. Fanovich

Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales, INTEMA, Av. Juan B. Justo 4302, B7608FDQ, Mar del Plata, Argentina.

*Correo Electrónico; gmhernandez@fi.mdp.edu.ar

RESUMEN

La hidroxiapatita (HA, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$), es un fosfato de calcio de composición química similar al componente inorgánico de huesos y dientes. Actualmente, este material es usado en diversas formas como sustituto óseo, gracias a sus propiedades de biocompatibilidad, bioactividad y osteoconducción. [1]. Hoy en día, resulta necesario implementar métodos de síntesis que permitan obtener biomateriales jerárquicamente estructurados, por ello, en este trabajo se sintetizaron nanopartículas de HA útiles para el desarrollo de biomateriales nanoestructurados por vía hidrotérmica[2]. El método propuesto permite sintetizar en una sola etapa HA cristalina en condiciones de reacción relativamente moderadas, como así también, modificar la morfología y el tamaño de los cristales obtenidos mediante la inclusión de diversos aditivos. En este estudio se utilizaron hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) y ácido ortofosfórico (H_3PO_4) como precursores de síntesis y además se emplearon hexametilentetramina (HMTA) y bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) como aditivos de síntesis. Se estudió el efecto de cada aditivo sobre la morfología de las partículas obtenidas y se analizó la influencia de la velocidad de enfriamiento sobre las características de los cristales obtenidos.

La síntesis se llevó a cabo en un reactor de acero inoxidable a 120 °C durante 12 h, con una relación molar Ca/P = 1,67. Los aditivos se agregaron respetando la relación Ca/HMTA = 1/0,5 molar y la concentración micelar crítica (1 mM) para el CTAB. Se aplicaron dos velocidades de enfriamiento: $v_1 = 1,7^\circ\text{C}/\text{min}$ (enfriamiento rápido) y $v_2 = 0,07^\circ\text{C}/\text{min}$ (enfriamiento lento). Los productos obtenidos fueron lavados, filtrados y secados a 60°C. Los polvos resultantes fueron caracterizados mediante Difracción de Rayos X, Espectroscopía Raman, Microscopía Electrónica de Barrido y Análisis de Tamaño de Partícula (DLS).

Los resultados mostraron que se obtiene HA como única fase, y que el tamaño y distribución de partícula se ve afectado por la presencia de aditivo y/o velocidad de enfriamiento.

ABSTRACT

Hydroxyapatite (HA, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$), is a calcium phosphate having a similar chemical composition to the inorganic component of bone and teeth. This material is currently used in various forms as a bone substitute due to its properties of biocompatibility, bioactivity and osteoconduction[1]. It is necessary to implement methods of synthesis to generate hierarchically structured biomaterials. Therefore, this work proposes synthesizing, via a hydrothermal method, HA nanoparticles for the development of nanostructured biomaterials [2]. The proposed method allows to synthesizing crystalline HA in a single step under relatively mild reaction conditions, as well as modifying the morphology and size of the obtained crystals by including different additives in the reaction medium. In this study, calcium hydroxide ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) and orthophosphoric acid (H_3PO_4) were used as precursors of HA and hexamethylenetetramine (HMTA) and cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) as additives. The effects of each additive on the morphology of the HA particles, and the influence of the cooling rate on the characteristics of the obtained crystals, were analyzed.

In a typical synthesis, a Ca/P molar ratio of 1.67 was used, at 120 ° C in a hydrothermal reactor during 12 h. The additives were added Ca/HMTA = 1/0.5 molar and Critical Micelar Concentration (1 mM) for CTAB, and two cooling rates, $V_1 = 1.7 \text{ }^\circ \text{C} / \text{min}$ (rapid cooling) and $V_2 = 0.07 \text{ }^\circ \text{C} / \text{min}$ (slow cooling) were applied. The obtained precipitates were washed, filtered and dried at 60 °C. The synthesized powders were characterized by X-Ray Diffraction, Raman Spectroscopy, Scanning Electron Microscopy and Particle Size Analysis (DLS).

The findings demonstrate that single phase HA was obtained, and that both the cooling rate and presence of additives greatly modify the particle size and size distribution.

REFERENCIAS

1. Hui Yang, Yingjun Wanh. “Morphology control of hydroxyapatite microcrystals: Synergistic effects of citrate and CTAB”; Materials Science and Engineering C 62 (2016) 160–165.
2. Y. Yang, Q. Wu, M. Wang, J. Long, Z. Mao and X. Chen, “Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite with different morphologies: influence of supersaturation of the reaction system”; Cryst. Growth Des. (2014) 4864–4871.

TÓPICO DEL CONGRESO O SIMPOSIO: *T13*

PRESENTACIÓN (ORAL O PÓSTER): *P (poster)*