

پوشش‌دهی فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶L با شیشه زیست‌فعال $80\text{SiO}_2-15\text{CaO}-5\text{P}_2\text{O}_5$ به روش سل-ژل و بررسی
نقش سرعت حرکت زیرلایه و ویسکوزیته سل در کیفیت پوشش

Coating of 316L stainless steel with $80\text{SiO}_2-15\text{CaO}-5\text{P}_2\text{O}_5$ bioactive glass via the sol-gel method and investigation of the role of substrate moving speed and sol viscosity on coating quality

تارا عسگری ارجنکی^۱، منصور رهسپار^{۲*}

^۱ دانشجوی دکتری بخش مهندسی مواد و متالورژی دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز، شیراز، ایران

^۲ دانشیار بخش مهندسی مواد و متالورژی دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز، شیراز، ایران

Tara Asgari Arjenaki¹, Mansour Rahsepar^{2*}

1. Ph.D. student, Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, Shiraz University, Shiraz, Iran.

2. Associate prof., Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, Shiraz University, Shiraz, Iran.

First author: Tara Asgari Arjenaki

Address: Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, Shiraz University, Shiraz, Iran.

Tell: +989371804557

Email: Tara.asg@gmail.com

***Corresponding author:** Mansour Rahsepar

Address: Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, Shiraz University, Shiraz, Iran.

Tell: +989171887568

Email: Mansour.rahsepar@gmail.com

Coating of 316L stainless steel with 80SiO₂–15CaO–5P₂O₅ bioactive glass via the sol–gel method and investigation of the role of substrate moving speed and sol viscosity on coating quality

Tara Asgari Arjenaki¹, Mansour Rahsepar^{2*}

1. Ph.D. student, Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, Shiraz University, Shiraz, Iran.

2. Associate prof., Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, Shiraz University, Shiraz, Iran.

Abstract

Introduction: Bioactive glass coatings are attractive for biomedical applications due to their ability to bond with bone and enhance biocompatibility. However, ensuring stability and corrosion resistance of metallic implants in physiological environments remains challenging.

Methods: A bioactive glass with the composition 80SiO₂–15CaO–5P₂O₅ was synthesized by the sol-gel method and applied onto 316L stainless steel using dip-coating. Processing parameters such as withdrawal speed and sol viscosity were optimized to improve coating quality and corrosion resistance. X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) were used to examine structure and morphology. Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) was performed after immersion in simulated body fluid (SBF) for 3 days. Corrosion resistance was assessed using potentiodynamic polarization and electrochemical impedance spectroscopy (EIS). Mechanical performance was evaluated through Vickers microhardness and adhesion tests.

Findings: The optimal coating, obtained at 4 cm/min withdrawal speed and low sol viscosity, showed a uniform, crack-free, porous structure with strong adhesion. XRD confirmed its amorphous nature after heat treatment at 700 °C, essential for maintaining bioactivity. FTIR after 3 days of immersion revealed the formation of P–O bonds, confirming phosphate group nucleation linked to hydroxyapatite. Corrosion tests showed markedly improved resistance compared to the bare substrate, with reduced corrosion current density and higher polarization resistance. Surface hardness also increased from 198 HV (substrate) to 230 HV (coated).

Conclusion: Sol-gel derived bioactive glass coatings, when processed under optimized conditions, provide improved mechanical integrity, corrosion resistance, and bioactivity in simulated body environments, highlighting their potential for enhancing the longevity and functionality of metallic implants.

Keywords: Biocompatible Materials, Corrosion, Sol-Gel Processing, Stainless Steel, Surface Coating

Findings and Discussion

The results revealed a strong relationship between sol-gel processing parameters and coating quality. Withdrawal speed and sol viscosity directly influenced thickness, uniformity, and mechanical integrity.

At high withdrawal speeds (e.g., 8 cm/min), coatings were thicker but suffered from non-uniformity and visible cracks due to uneven evaporation and high drying stresses. Very low withdrawal speeds produced thinner but less protective films. The best results were obtained at 4 cm/min with a low-viscosity sol, which produced a crack-free, homogeneous, porous coating with strong adhesion to the steel substrate.

SEM (scanning electron microscopy) confirmed the porous microstructure of optimized coatings. Such morphology is favorable for bioactivity because it promotes ion exchange and supports the formation of bone-like apatite layers. The absence of cracks and delamination further indicated that stresses during drying and sintering were well accommodated.

XRD (X-ray diffraction) analysis of samples heat-treated at 700 °C showed that the coatings retained an amorphous structure. Amorphous bioactive glasses are generally more reactive in simulated body fluid (SBF), allowing faster apatite formation compared to crystalline glasses. Preserving this structure ensures that the coating maintains high bioactivity after thermal treatment.

In addition, Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) was conducted after 3 days of immersion in SBF. The FTIR spectra showed the emergence of characteristic P–O stretching vibrations, indicating phosphate group nucleation linked to hydroxyapatite. This confirmed that the coating could initiate mineralization within a short immersion time, reinforcing its bioactive potential.

From a mechanical perspective, the coatings displayed improved hardness compared to the uncoated substrate. Vickers microhardness testing revealed an average value of 230 HV for the coated sample, versus 198 HV for bare 316L steel. This enhancement is attributed to the dense, interconnected glass network formed during the sol-gel process, which improves resistance to wear and indentation.

Corrosion resistance, a critical property for implant longevity, was evaluated using potentiodynamic polarization and

Extended Abstract

Introduction

Bioactive glasses have emerged as a significant class of materials in biomedical engineering due to their ability to bond with bone tissue and support cellular activities. Unlike inert materials, bioactive glasses form a hydroxycarbonate apatite (HCA) layer on their surface when in contact with physiological fluids, which is chemically and structurally similar to the mineral phase of bone. This capability enhances osteointegration and accelerates healing. Among various glass systems, the $\text{SiO}_2\text{--CaO--P}_2\text{O}_5$ ternary system is widely recognized for its excellent bioactivity and biocompatibility. These materials not only promote bone regeneration but can also be tailored to achieve therapeutic effects such as controlled ion release or antibacterial activity.

Despite these advantages, their mechanical weakness and brittleness limit bulk applications. To overcome this, bioactive glass has been applied as a coating on mechanically strong metallic substrates such as titanium alloys and stainless steels. Stainless steel 316L, in particular, is widely used for orthopedic and dental implants due to its favorable mechanical properties and cost-effectiveness. However, its bioinert nature and susceptibility to localized corrosion in the human body necessitate protective bioactive coatings.

The sol-gel method has proven effective for fabricating bioactive glass coatings. Compared to melt-quenching, the sol-gel process provides better control over composition and microstructure at lower processing temperatures. Combined with dip-coating, it offers an efficient way to produce uniform films on metallic substrates. Nevertheless, coating quality strongly depends on parameters such as sol viscosity, withdrawal speed, and drying/heat-treatment conditions. Poor control may lead to cracks, delamination, or poor adhesion, limiting biological and protective performance.

Therefore, this study aimed to develop and optimize sol-gel derived bioactive glass coatings on 316L stainless steel, focusing on withdrawal speed and sol viscosity. The goal was to obtain coatings that not only protect the substrate against corrosion but also promote biointegration and mechanical stability in physiological environments.

increased compared to uncoated steel, and corrosion resistance was markedly improved, as evidenced by lower I_{corr} values, higher polarization resistance, and favorable EIS responses.	1176 1177 1178 1179 1180	electrochemical impedance spectroscopy (EIS) in SBF. The coated samples exhibited significantly lower corrosion current densities (I_{corr}) and higher polarization resistance (R_p) compared to the uncoated substrate. This indicates that the coating acted as an effective barrier against chloride ions, which are abundant in body fluids and responsible for pitting corrosion in stainless steel. EIS results further supported these findings: coated samples showed larger capacitive arcs in Nyquist plots, reflecting enhanced surface protection and stability over time.	1136 1137 1138 1139 1140 1141 1142 1143 1144 1145 1146 1147 1148
While these results are promising, further research is required to evaluate long-term stability, biological interactions, and mechanical durability under more complex and clinically relevant conditions. Nevertheless, the findings highlight that sol-gel derived SiO_2 – CaO – P_2O_5 glass coatings, when processed under optimized conditions, can serve as a cost-effective and reliable strategy for enhancing the performance and longevity of metallic implants in biomedical applications	1181 1182 1183 1184 1185 1186 1187 1188 1189 1190 1191	Although the coating thickness was relatively modest ($\sim 1.91 \mu\text{m}$), it provided effective mechanical reinforcement and electrochemical protection without affecting the bulk properties of the implant. The ability to produce such thin yet efficient films highlights one of the key advantages of the sol-gel/dip-coating method for biomedical surface engineering.	1149 1150 1151 1152 1153 1154 1155 1156
Ethical Considerations compliance with ethical guidelines	1192 1193		
The cooperation of the participants in the present study was voluntary and accompanied by their consent.	1194 1195 1196		
Funding	1197		
The authors gratefully acknowledge the financial support provided by Shiraz University through an internal research project (Project Code: GCD4M222430).	1198 1199 1200 1201		
Authors' contributions	1202		
Design and performance of experiments, data analysis, and manuscript writing: Tara Asgari Arjenaki	1203 1204		
Supervision of experimental design, data interpretation, and final approval: Dr. Mansour Rahsepar	1205 1206 1207		
Conflicts of interest	1208		
The authors declared no conflict of interest.	1209		
		Conclusion	1207
		This study demonstrated that bioactive glass coatings can be successfully deposited on 316L stainless steel using a sol-gel dip-coating method. By optimizing withdrawal speed and sol viscosity, coatings with uniform morphology, strong adhesion, and improved functional properties were achieved.	1208 1209 1210 1211 1212 1213 1214
		The optimized coating prepared at 4 cm/min withdrawal speed with a low-viscosity sol exhibited a crack-free, porous structure and retained its amorphous nature after heat treatment at 700 °C. FTIR confirmed the formation of P–O bonds after 3 days of immersion in SBF, validating the initiation of bioactive reactions and hydroxyapatite formation. These features are beneficial for both corrosion protection and biological performance. In addition, surface hardness	1215 1216 1217 1218 1219 1220 1221 1222 1223 1224 1225

پوشش دهی فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶L با شیشه زیست‌فعال 80SiO₂-15CaO-5P₂O₅ به روش سل-ژل و بررسی نقش سرعت حرکت زیرلایه و ویسکوزیته سل در کیفیت پوشش

تارا عسگری ارجنکی^۱، منصور رهسپار^{۲*}

^۱ دانشجوی دکتری بخش مهندسی مواد و متالورژی دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز، شیراز، ایران

^۲ دانشیار بخش مهندسی مواد و متالورژی دانشکده مهندسی، دانشگاه شیراز، شیراز، ایران

چکیده

مقدمه: پوشش‌های شیشه زیست‌فعال به‌عنوان راهکاری مؤثر برای بهبود زیست‌سازگاری و مقاومت به خوردگی ایمپلنت‌های فلزی، به‌ویژه فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶L، مورد توجه قرار گرفته‌اند. در این میان روش سل-ژل به دلیل امکان کنترل ترکیب و ریزساختار، روشی مناسب برای سنتز این نوع پوشش‌هاست. با این حال، دستیابی به پوششی یکنواخت، چسبنده و پایدار همچنان چالش برانگیز است.

روش: در این پژوهش، شیشه زیست‌فعال با ترکیب 80SiO₂-15CaO-5P₂O₅ به روش سل-ژل سنتز شد و با تکنیک غوطه‌وری روی زیرلایه فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶L پوشش داده شد. اثر سرعت حرکت زیرلایه و ویسکوزیته سل بر کیفیت پوشش مورد بررسی قرار گرفت. برای شناسایی ساختار و ویژگی‌های پوشش از آزمون‌های پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، میکروسختی و چسبندگی استفاده شد. همچنین، آزمون طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل فوری (FTIR) پس از سه روز غوطه‌وری نمونه‌ها در محلول شبیه‌ساز بدن (SBF) انجام شد. رفتار خوردگی پوشش‌ها نیز با آزمون‌های پلاریزاسیون پتانسیودینامیک و امپدانس الکتروشیمیایی (EIS) ارزیابی گردید.

یافته‌ها: بهترین کیفیت پوشش در سرعت ۴ سانتی‌متر بر دقیقه و در ویسکوزیته پایین به دست آمد. پوشش حاصل یکنواخت، بدون ترک و متخلخل بوده و از چسبندگی مناسبی برخوردار بود. نتایج XRD نشان داد که پس از عملیات حرارتی در دمای ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد پوشش، همچنان در حالت آمورف باقی مانده است. طیف‌سنجی FTIR پس از سه روز غوطه‌وری، باندهای مشخص P-O را نشان داد که بیانگر آغاز فرآیند زیست معدنی‌شدن و تشکیل فازهای فسفات‌های مرتبط با هیدروکسی‌آپاتیت است. سختی پوشش (230 HV) در مقایسه با زیرلایه بدون پوشش (198 HV) افزایش یافت. علاوه بر این، نتایج آزمون‌های خوردگی کاهش نرخ خوردگی و افزایش مقاومت پلاریزاسیون را در نمونه‌های پوشش‌دار تأیید کرد.

نتیجه‌گیری: پوشش شیشه زیست‌فعال حاصل از روش سل-ژل، در شرایط بهینه، ساختاری یکنواخت، متخلخل و پایدار ایجاد کرده و سبب افزایش سختی سطح، بهبود مقاومت به خوردگی و القای زیست‌فعالی شده است. چنین ویژگی‌هایی این پوشش را به گزینه‌ای مناسب برای استفاده در ایمپلنت‌های فلزی در محیط‌های فیزیولوژیک تبدیل می‌کند.

واژه‌های کلیدی: پوشش سطحی، خوردگی، فرایند سل-ژل، فولاد زنگ‌نزن، مواد زیست‌سازگار

- ۲۷۵ هیدروکسی آپاتیت و زیست تخریب پذیری کنترل شده، توجه بیشتری را
- ۲۷۶ به خود جلب کرده است (۱۲). این فرآیند شامل آبکافت و چگالش
- ۲۷۷ پیش ماده‌های آلکوکسیدی است که در نهایت منجر به تشکیل شبکه
- ۲۷۸ سه بعدی سیلیکا می‌شود و امکان سنتز در دماهای پایین تر را فراهم
- ۲۷۹ می‌آورد (۱۳). شیشه‌های سل-ژل با ترکیب بندی $\text{SiO}_2\text{-CaO-P}_2\text{O}_5$
- ۲۸۰ از دهه ۱۹۹۰ تاکنون سنتز شده‌اند و نسبت به نمونه‌های ذوبی،
- ۲۸۱ زیست فعالی بالاتری نشان داده‌اند (۱۴).
- ۲۸۲ روش غوطه‌وری (Dip coating) به دلیل سادگی، هزینه پایین و
- ۲۸۳ توانایی در پوشش دهی سطوح پیچیده، به عنوان یکی از پرکاربردترین
- ۲۸۴ تکنیک‌ها در مقیاس‌های آزمایشگاهی و صنعتی شناخته می‌شود. این
- ۲۸۵ روش امکان کنترل ضخامت و یکنواختی پوشش را فراهم می‌آورد، اما
- ۲۸۶ ترک خوردگی ناشی از خشک شدن و جمع شدن ژل یکی از چالش‌های
- ۲۸۷ اصلی آن است (۱۵، ۱۶). در سال‌های اخیر، به منظور بهبود زیست فعالی
- ۲۸۸ و مقاومت به خوردگی فولاد ۳۱۶L از پوشش‌های شیشه زیست فعال
- ۲۸۹ استفاده شده است. برخی پژوهش‌ها نشان داده‌اند که روش
- ۲۹۰ رسوب گذاری الکتروفوریتیک (EPD) پوشش‌هایی ضخیم تر و با
- ۲۹۱ چسبندگی مناسب ایجاد می‌کند، هرچند مشکلاتی نظیر ترک خوردگی
- ۲۹۲ و ناهمگنی سطح همچنان گزارش شده است (۱۷). همچنین روش‌هایی
- ۲۹۳ مانند اسپری حرارتی و رسوب فیزیکی بخار (PVD) امکان تولید
- ۲۹۴ پوشش‌های متراکم تر را فراهم می‌کنند، اما به دلیل هزینه بالا و
- ۲۹۵ محدودیت در مقیاس پذیری، کاربرد آن‌ها در حوزه زیست پزشکی محدود
- ۲۹۶ است (۱۸). از این رو بررسی سیستماتیک پارامترهای روش غوطه‌وری،
- ۲۹۷ به ویژه سرعت حرکت زیر لایه و ویسکوزیته سل، از اهمیت ویژه‌ای
- ۲۹۸ برخوردار است.
- ۲۹۹ با وجود پیشرفت‌های حاصل، پوشش‌های تولید شده به روش سل-ژل
- ۳۰۰ همچنان با چالش‌هایی نظیر ترک خوردگی و ناهمگنی سطح مواجه‌اند،
- ۳۰۱ مسائلی که به شرایط فرآیندی وابسته بوده و کیفیت نهایی پوشش را
- ۳۰۲ تعیین می‌کنند (۱۹-۲۱). تاکنون اثر هم زمان سرعت حرکت زیر لایه و
- ۳۰۳ ویسکوزیته سل بر پوشش‌های زیست فعال کمتر مورد بررسی قرار
- ۳۰۴ گرفته است. نوآوری این پژوهش تمرکز بر این دو عامل کلیدی و
- ۳۰۵ بهینه سازی آن‌ها برای دستیابی به پوششی یکنواخت، پایدار و بدون
- ۳۰۶ ترک بر روی فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶L است؛ رویکردی که می‌تواند
- ۳۰۷ محدودیت‌های رایج پوشش‌های سل-ژل را کاهش داده و کارایی آن‌ها
- ۳۰۸ را در ایمپلنت‌های زیست پزشکی ارتقا بخشد.
- ۳۰۹ هدف این پژوهش، سنتز شیشه زیست فعال با ترکیب بندی $80\text{SiO}_2\text{-}15\text{CaO-}5\text{P}_2\text{O}_5$
- ۳۱۰ به روش سل-ژل و اعمال آن بر سطح فولاد
- ۳۱۱ زنگ‌نزن ۳۱۶L به روش غوطه‌وری و نیز بررسی ساختار، مورفولوژی
- ۳۱۲ و مقاومت به خوردگی پوشش‌های حاصل برای کاربردهای
- ۳۱۳ زیست پزشکی است.
- ۳۱۴ **مواد و روش‌ها**
- ۳۱۵ ورق‌های فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶L با ضخامت ۰/۷ میلی متر و ابعاد 5×2
- ۳۱۶ سانتی متر به روش وایرکات برش داده شدند. پس از آن، سطح نمونه‌ها
- ۳۱۷ با استفاده از سنباده‌های کاربید سیلیکون با زبری‌های متنوع از ۱۸۰ تا
- ۳۱۸ ۳۰۰۰ پرداخت گردید. به منظور حذف آلودگی‌ها و چربی‌های سطحی،
- ۳۱۹ نمونه‌ها به مدت ۳۰ دقیقه در حمام التراسونیک حاوی استون و الکل
- ۲۳۲ بیماری‌ها و اختلالات ارتوپدی از مهم‌ترین علل ناتوانی در سراسر جهان
- ۲۳۳ به شمار می‌روند. بر اساس گزارش McKinsey در سال ۲۰۲۳،
- ۲۳۴ هزینه‌های مستقیم مرتبط با مراقبت‌های ارتوپدی در ایالات متحده بین
- ۲۳۵ ۳۵۰ تا ۴۰۰ میلیارد دلار برآورد شده که حدود ۱۰ درصد از کل
- ۲۳۶ هزینه‌های نظام سلامت را تشکیل می‌دهد. با افزایش امید به زندگی،
- ۲۳۷ شیوع بیماری‌های استخوانی نیز رو به رشد بوده و اغلب نیازمند
- ۲۳۸ مداخلات جراحی نظیر تعویض مفصل یا کاشت ایمپلنت هستند.
- ۲۳۹ شکستگی‌ها، پوکی استخوان و سایر بیماری‌های اسکلتی-عضلانی نیز
- ۲۴۰ به استفاده از ایمپلنت‌های دائمی یا موقت وابسته‌اند. این روند بر ضرورت
- ۲۴۱ توسعه بیومتریال‌های نوین و بهبود کارایی ایمپلنت‌ها تأکید دارد (۱، ۲).
- ۲۴۲ استفاده از ایمپلنت‌های فلزی در قرن هجدهم آغاز شد و در قرن بیستم
- ۲۴۳ به طور گسترده در حوزه‌های ارتوپدی و دندان پزشکی رواج یافت (۳). با
- ۲۴۴ پیشرفت فناوری و افزایش بروز آسیب‌های شدید استخوانی، کاربرد
- ۲۴۵ ایمپلنت‌های دائمی نیز گسترش پیدا کرد (۴). یکی از چالش‌های اساسی
- ۲۴۶ این ایمپلنت‌ها، بروز عفونت پس از کاشت است، مسئله‌ای که پژوهش‌ها
- ۲۴۷ را به سمت توسعه پوشش‌های آنتی باکتریال، زیست فعال و مقاوم به
- ۲۴۸ خوردگی هدایت کرده است (۵).
- ۲۴۹ فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶L، آلیاژهای کبالت و تیتانیوم از متداول‌ترین مواد
- ۲۵۰ مورد استفاده در ارتوپدی و دندان پزشکی هستند، زیرا ترکیبی از
- ۲۵۱ استحکام مکانیکی بالا و قیمت مناسب دارند (۶). با این حال، سمیت
- ۲۵۲ یون‌های فلزی همچنان یک نگرانی مهم است و شدت سمیت آن‌ها به
- ۲۵۳ ترتیب عبارت است از: کبالت < وانادیوم < نیکل < کروم < آهن <
- ۲۵۴ تیتانیوم (۷). در میان انواع فولادهای زنگ‌نزن، AISI 316L به دلیل
- ۲۵۵ مقاومت بالا در برابر خوردگی، زیست سازگاری مناسب و استحکام
- ۲۵۶ مکانیکی بالا بیشترین کاربرد را دارد (۸).
- ۲۵۷ ایمپلنت‌های فلزی، علی‌رغم خواص مطلوبشان، با دو محدودیت اساسی
- ۲۵۸ مواجه هستند، حساسیت به خوردگی و عدم توانایی در ایجاد پیوند
- ۲۵۹ مستقیم با بافت. در مقابل، بیوسرامیک‌ها و شیشه‌های زیست فعال دارای
- ۲۶۰ زیست سازگاری بالایی هستند، اما از استحکام کافی برخوردار نیستند.
- ۲۶۱ پوشش دهی ایمپلنت‌های فلزی با این مواد، راهکاری مؤثر برای ترکیب
- ۲۶۲ زیست فعالی با دوام مکانیکی محسوب می‌شود (۶).
- ۲۶۳ شیشه‌های زیست فعال (BGs) موادی غیر بلوری هستند که به طور
- ۲۶۴ فعال با استخوان و بافت نرم پیوند برقرار کرده، بازسازی بافت را تحریک
- ۲۶۵ می‌کنند و به عنوان حامل یون‌های درمانی ایفای نقش می‌کنند (۹). این
- ۲۶۶ شیشه‌ها برای نخستین بار در سال ۱۹۶۹ توسط هنج معرفی شدند و در
- ۲۶۷ تماس با مایعات بدن، لایه‌ای از هیدروکسی کربنات آپاتیت (HCA)
- ۲۶۸ تشکیل می‌دهند که فرآیند پیوند استخوانی را تسهیل می‌کند (۱۰، ۱۱).
- ۲۶۹ زیست فعالی این مواد تحت تأثیر تبادل یونی، تغییرات pH و تشکیل
- ۲۷۰ لایه‌های سیلیکا و فسفات کلسیم قرار دارد (۳).
- ۲۷۱ شیشه‌های زیست فعال به دو دسته کلی شیشه‌های ذوبی (melt-derived)
- ۲۷۲ و سل-ژل (sol-gel-derived) تقسیم می‌شوند. روش
- ۲۷۳ سنتی کوئنچ مذاب (melt-quenching) کاربرد گسترده‌ای دارد، اما
- ۲۷۴ روش سل-ژل به دلیل داشتن سطح ویژه بالا، توانایی تشکیل سریع تر

۳۲۰ شستشو شدند. برای تهیه شیشه زیست فعال از تترا اتیل اورتوسیلیکات
 ۳۲۱ (TEOS, Merck)، تری اتیل فسفات (TEP, Merck)، نیترات
 ۳۲۲ کلسیم چهارآبه (Ca(NO₃)₂·4H₂O, Sigma-Aldrich)، اسید
 ۳۲۳ نیتریک (Merck) به عنوان کاتالیزور و Pluronic F127 (Sigma-
 ۳۲۴ Aldrich) استفاده شد. همچنین اتانول ۹۶ درصد به عنوان حلال به
 ۳۲۵ کار رفت. مقادیر دقیق مصرف شده از هر پیش ماده در جدول ۱ ارائه
 ۳۲۶ شده است و تمامی مواد بدون خالص سازی بیشتر مورد استفاده قرار
 ۳۲۷ گرفتند. مقدار F127 معادل یک درصد مولی نسبت به TEOS انتخاب
 ۳۲۸ شد که این میزان بر اساس آزمایش های مقدماتی در همین آزمایشگاه
 ۳۲۹ و مطالعه پیشین انجام شد. نتایج نشان دادند که نسبت مذکور منجر به
 ۳۳۰ ایجاد ساختار مزومخلخل پایدار و همگن می شود (F127. (۲۲)
 ۳۳۱ به عنوان عامل قالب نرم در محیط اسیدی انتخاب شد، زیرا در مقایسه
 ۳۳۲ با سایر عوامل مانند PEG، عملکرد بهتری در ایجاد ساختار یکنواخت
 ۳۳۳ و پایدار دارد.

جدول ۱- مواد و مقادیر مصرفی برای سنتز شیشه
 زیست فعال 80SiO₂-15CaO-5P₂O₅

نام ماده	میزان مواد اولیه (g)
F127 (g)	۳/۶
TEOS (g)	۶/۷
TEP (g)	۰/۷۳
Ca(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O (g)	۱/۴

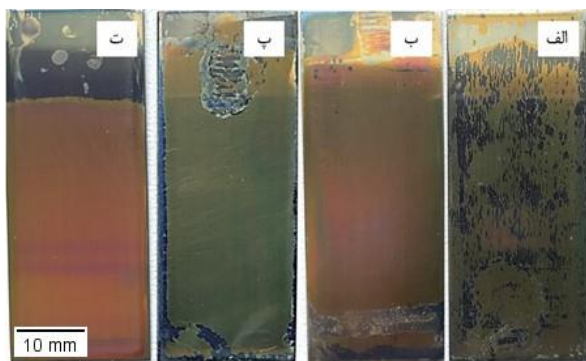
۳۳۶ در ابتدا، محلول ۵/۰ مولار اسید نیتریک در اتانول به عنوان حلال قرار
 ۳۳۷ تهیه و با هم زدن مغناطیسی یکنواخت شد. سپس مواد F127،
 ۳۳۸ TEOS، TEP و نیترات کلسیم به ترتیب و در فواصل زمانی
 ۳۳۹ یک ساعته، به محلول اضافه شدند. فرآیند هم زدن به مدت ۲۴ ساعت
 ۳۴۰ ادامه یافت تا محلول کاملاً همگن گردد. پوشش دهی نمونه ها با استفاده
 ۳۴۱ از روش غوطه وری و در سه سرعت مختلف حرکت زیر لایه (۲، ۴ و ۸
 ۳۴۲ سانتی متر بر دقیقه) انجام شد تا تأثیر این پارامتر بر کیفیت نهایی پوشش
 ۳۴۳ بررسی شود. در هر حالت، نمونه ها با همان سرعت وارد و خارج سل
 ۳۴۴ شدند. این مرحله به منظور دستیابی به ضخامت مناسب و یکنواختی
 ۳۴۵ سطح، برای هر نمونه ۱۲ بار تکرار گردید. پس از اتمام فرآیند
 ۳۴۶ غوطه وری، نمونه ها به مدت ۲۴ ساعت در دمای محیط خشک شدند و
 ۳۴۷ سپس به مدت یک ساعت در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد در آون قرار
 ۳۴۸ گرفتند. در ادامه، برای بهبود استحکام چسبندگی پوشش، عملیات
 ۳۴۹ حرارتی در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۵ ساعت و با نرخ
 ۳۵۰ گرمایش ۳ درجه سانتی گراد بر دقیقه انجام شد. نمونه ها در پایان،
 ۳۵۱ به صورت تدریجی در کوره سرد شدند. بررسی نتایج اولیه نشان داد که
 ۳۵۲ نمونه حاصل از سرعت بهینه تنها دچار انقباض پوشش شده است.
 ۳۵۳ به منظور بهبود ویژگی های پوشش در این شرایط، سل رقیق سازی شد

۳۵۴ تا ویسکوزیته آن کاهش یابد. نمونه ی تهیه شده از این سل رقیق نیز
 ۳۵۵ برای بررسی های بعدی مورد استفاده قرار گرفت.
 ۳۵۶ برای سهولت ارجاع، نمونه ها کدگذاری شدند: نمونه بدون پوشش با
 ۳۵۷ عنوان 316L، نمونه های پوشش دار با سرعت های حرکت مختلف ۲،
 ۳۵۸ ۴ و ۸ سانتی متر بر دقیقه به ترتیب با کدهای S2، S4، S8 و نمونه
 ۳۵۹ پوشش داده شده با سل رقیق شده (ویسکوزیته کاهش یافته) با کد SV
 ۳۶۰ مشخص شدند.

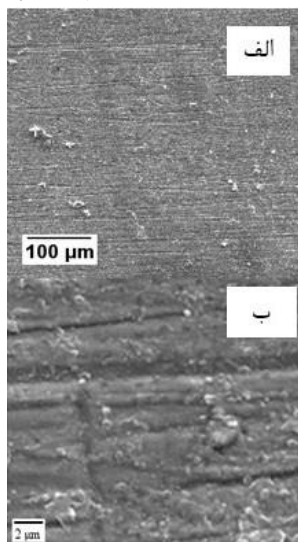
۳۶۱ به منظور شناسایی فازهای موجود در پوشش، آزمون پراش پرتو ایکس
 ۳۶۲ (XRD) با تابش Cu-Kα (λ = 1.5406 Å) در محدوده زاویه ۲θ
 ۳۶۳ از ۱۰ تا ۶۵ درجه انجام شد. مورفولوژی سطح، ضخامت و زیست فعالی
 ۳۶۴ پوشش پس از غوطه وری در محلول شبیه ساز بدن (SBF) با
 ۳۶۵ میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل TESCAN-Vega3 بررسی
 ۳۶۶ گردید. پیش از این آزمون، نمونه ها با استفاده از دستگاه Sputtering
 ۳۶۷ Coating ساخت شرکت Quorum Technology مدل
 ۳۶۸ (Q150R- ES) با لایه ای نازک از طلا پوشش داده شدند. آزمون
 ۳۶۹ زیست فعالی با غوطه وری نمونه ها در محلول SBF به مدت ۳ روز در
 ۳۷۰ دمای ۳۷±۱ درجه سانتی گراد بر اساس روش استاندارد کوکیو انجام
 ۳۷۱ شد (۲۳). پس از پایان غوطه وری، سطح نمونه ها با آب مقطر شسته و
 ۳۷۲ در دمای محیط خشک گردید. همچنین برای بررسی تغییرات شیمیایی
 ۳۷۳ و تشکیل باندهای فسفاتی مرتبط با هیدروکسی آپاتیت، طیف سنجی
 ۳۷۴ مادون قرمز تبدیل فوریه (FTIR) پس از سه روز غوطه وری انجام شد.
 ۳۷۵ برای ارزیابی چسبندگی، آزمون استاندارد ASTM D3359-B به کار
 ۳۷۶ گرفته شد. به این صورت که یک شبکه مشبک شامل خطوط افقی و
 ۳۷۷ عمودی با فواصل یک میلی متر روی سطح نمونه ایجاد گردید، سپس
 ۳۷۸ نوار چسب کاغذی به طول ۷۵ میلی متر روی سطح نمونه قرار داده شد
 ۳۷۹ و پس از ۶۰ ثانیه با زاویه ۶۰ درجه جدا گردید. در نهایت سطح نمونه،
 ۳۸۰ تحت میکروسکوپ نوری بررسی شد. آزمون میکروسختی به روش
 ۳۸۱ ویکرز تحت بار ۱۰۰ gf به مدت ۱۵ ثانیه انجام شد و برای هر نمونه
 ۳۸۲ سه بار تکرار گردید. میانگین و انحراف معیار داده ها محاسبه و گزارش
 ۳۸۳ شد.

۳۸۴ بررسی مقاومت به خوردگی پوشش ها با دو آزمون پلاریزاسیون
 ۳۸۵ پتانسیودینامیک و امپدانس الکتروشیمیایی (EIS) انجام شد. در این
 ۳۸۶ راستا، نمونه ها در یک سل سه الکترودی استاندارد شامل الکترود کاری
 ۳۸۷ (نمونه پوشش دار با سطح مقطع ۰/۸۷۵cm²)، الکترود مرجع
 ۳۸۸ Ag/AgCl و الکترود کمکی پلاتین مورد مطالعه قرار گرفتند.
 ۳۸۹ آزمایش ها در محلول SBF در دمای ۳۷±۱ درجه سانتی گراد و در
 ۳۹۰ داخل قفس فارادی برای کاهش نویز الکتریکی انجام شدند. آزمون
 ۳۹۱ پلاریزاسیون در بازه ۲۵۰- تا +۱۰۰۰ میلی ولت نسبت به پتانسیل مدار
 ۳۹۲ باز و با نرخ روبش ۲ mV/s انجام شد. آزمون EIS نیز در محدوده
 ۳۹۳ فرکانس ۱mHz تا ۱۰۰KHz با دامنه ۱۰mV انجام گرفت. داده های
 ۳۹۴ حاصل با نرم افزار ZView (Version 2, Scribner Associates
 ۳۹۵ Inc., USA) تحلیل شدند.

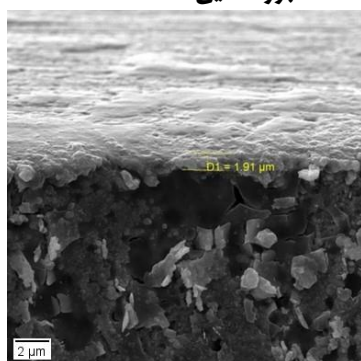
نتایج



شکل ۱- نمونه های پوشش داده شده توسط روش غوطه‌وری (الف S2، ب S8، پ S4 و ت SV)



شکل ۲- تصاویر SEM (الف) سطح نمونه SV و ب) بزرگنمایی قسمت الف



شکل ۳- تصویر SEM از برش عرضی نمونه SV برای تعیین ضخامت

۲- بررسی فازی

شکل ۴، الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) نمونه SV را نشان می‌دهد. الگوی پراش نمونه پوشش دار، ماهیت آمورف ماده را تایید می‌کند. همان‌طور که دیده می‌شود، هیچ پیک مشخصی مربوط به فازهای بلوری مشاهده نمی‌شود و عدم مشاهده پیک‌های زیرلایه ۳۱۶L می‌تواند ناشی از فلورسانس Fe تحت تابش Cu-Kα و حضور هاله آمورف پوشش باشد. برآمدگی پهن در ناحیه ۲θ بین ۱۰ تا ۱۷ درجه نشان‌دهنده ساختار غیربلوری است که با ویژگی‌های شیشه‌های

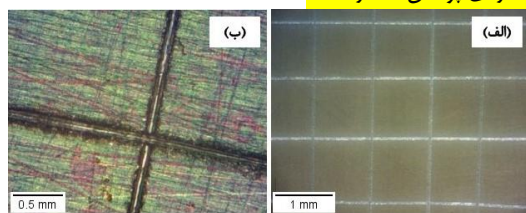
۱- مشخصه‌یابی پوشش

در فرآیند پوشش‌دهی به روش غوطه‌وری، در سرعت ۲ سانتی‌متر بر دقیقه پوشش نمونه S2 دچار ناپیوستگی و عدم یکنواختی شد (شکل ۱-الف). افزایش سرعت حرکت زیرلایه می‌تواند با افزایش نیروی ویسکوزیته محلول منجر به تشکیل لایه‌های ضخیم‌تر شود (۲۴). در سرعت ۸ سانتی‌متر بر دقیقه یکنواختی و ضخامت پوشش بهبود یافت، اما برای جلوگیری از شوک حرارتی و ترک، نمونه‌ها ابتدا در دمای محیط، سپس در آون خشک و نهایتاً در کوره قرار داده شدند. با وجود این، ضخامت بالای پوشش نمونه S8 سبب بروز ترک در مرحله خشک شدن شد (شکل ۱-ب). کاهش سرعت به ۴ سانتی‌متر بر دقیقه ترک‌های ناشی از شوک حرارتی را کاهش داد و امکان تشکیل پوششی یکنواخت‌تر و کنترل‌شده‌تر را فراهم کرد (شکل ۱-پ). اگرچه یکنواختی پوشش نمونه S4 بهبود یافته بود، اما انقباض ناشی از خشک شدن و عملیات حرارتی همچنان چالشی جدی محسوب می‌شد. برای رفع این مشکل، مقدار حلال در محلول سل افزایش یافت تا ویسکوزیته و تنش‌های داخلی طی خشک‌سازی و پخت کاهش یابد. این تغییر موجب بهبود چسبندگی، حذف ترک‌ها و دستیابی به پوششی یکدست و بدون نقص شد (شکل ۱-ت). تصاویر SEM در شکل ۲ نشان می‌دهد که سطح نمونه پوشش‌دار صاف، یکنواخت و بدون عیب است. در تصویر SEM از برش عرضی نمونه (شکل ۳) ضخامت پوشش حدود ۱/۹۱ میکرومتر تعیین شد. اگرچه تصاویر SEM از زیرلایه خام ۳۱۶L در این پژوهش وجود ندارد، اما بر اساس گزارش‌های پیشین (۲۵)، سطح فولاد ۳۱۶L پس از پرداخت مکانیکی صاف و صیقلی است، بنابراین تغییرات مورفولوژیکی در نمونه‌های پوشش‌دار نسبت به این حالت مرجع تفسیر گردید.

مطالعات پیشین نشان داده‌اند که روش سل-ژل اگرچه ساده و کم‌هزینه است، اما همچنان با مشکلاتی نظیر ترک‌خوردگی و ناهمگنی سطح مواجه است. به‌عنوان مثال، García و همکاران (۶) گزارش کردند که ترک‌خوردگی یکی از چالش‌های اصلی پوشش‌های سل-ژل روی فولاد ۳۱۶L محسوب می‌شود. در پژوهش Mehdi pour و همکاران (۱۷) نیز، اگرچه روش رسوب‌گذاری الکتروفوریتیک (EPD) توانست پوشش‌هایی با ضخامت و چسبندگی مناسب ایجاد کند، اما ناهمگنی سطح و ترک همچنان مشاهده شد. از سوی دیگر، Maximov و همکاران (۱۸) نشان دادند که روش‌های پیشرفته‌تر مانند اسپری حرارتی و رسوب فیزیکی بخار (PVD) می‌توانند پوشش‌های متراکم و مقاوم فراهم کنند، با این حال هزینه بالا و محدودیت در مقیاس‌پذیری مانع کاربرد گسترده آن‌ها در پزشکی می‌شود.

نتایج پژوهش حاضر نشان داد که با بهینه‌سازی هم‌زمان سرعت حرکت زیرلایه و ویسکوزیته سل در فرآیند غوطه‌وری، می‌توان پوششی یکنواخت، پایدار و بدون ترک به‌دست آورد، بدون آن‌که به تجهیزات پیچیده یا هزینه‌های بالا نیاز باشد. این مزیت عملی، پژوهش حاضر را از مطالعات پیشین متمایز ساخته و امکان استفاده مؤثرتر از پوشش‌های شیشه زیست‌فعال در ایمپلنت‌های پزشکی را فراهم می‌آورد.

(EPD) چسبندگی مناسبی گزارش کردند، اما وجود ترک‌های سطحی مانع از دستیابی به کیفیت عالی شد. در مقابل، پوشش به‌دست‌آمده در این پژوهش علاوه بر چسبندگی بالا، یکنواخت و عاری از ترک بود، مزیتی آشکار نسبت به مطالعات پیشین که نشان‌دهنده برتری عملکردی پوشش حاضر است.



شکل ۵- بررسی سطح پوشش نمونه SV توسط میکروسکوپ نوری پس از آزمون چسبندگی جدول ۲- طبقه بندی نتایج حاصل از آزمون چسبندگی (۳۴)

Classification	% of Area Removed	Surface of Cross-cut Area From Which Flaking has Occurred for 6 Parallel Cuts & Adhesion range by %
5B	0% None	
4B	Less than 5%	
3B	5 - 15%	
2B	15 - 35%	
1B	35 - 65%	
0B	Greater than 65%	

۴- آزمون میکروسختی ویکرز

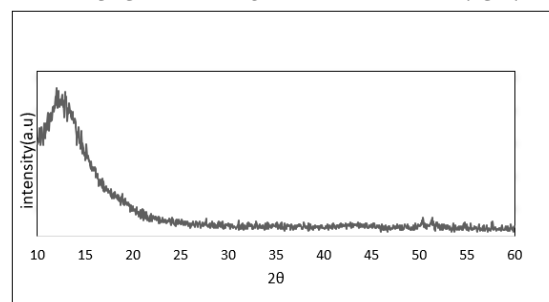
میانگین عدد سختی بدست آمده در جدول ۳ گزارش شده است.

جدول ۳- میانگین عدد میکروسختی ویکرز

نام نمونه	316L	SV
عدد سختی	198 ± 4	230 ± 7

در اندازه‌گیری میکروسختی پوشش‌های نازک شیشه زیست‌فعال به روش ویکرز، چالش‌های متعددی وجود دارد که می‌تواند بر دقت نتایج تأثیرگذار باشد. یکی از مهم‌ترین این چالش‌ها، اثر اندازه فرورفتگی (ISE) است، پدیده‌ای که طی آن سختی اندازه‌گیری شده با تغییر بار عملی و ابعاد فرورفتگی تغییر می‌کند. این موضوع به‌ویژه در

زیست‌فعال مطابقت دارد. این یافته نشان می‌دهد که عملیات حرارتی زیر ۸۰۰ درجه سلسیوس منجر به تبلور نشده و ساختار شیشه‌ای همچنان پایدار مانده است. حفظ حالت آمورف باعث افزایش نرخ انحلال و تسریع تشکیل لایه هیدروکسی‌آپاتیت شده و زیست‌فعالی پوشش را نسبت به نمونه‌های بلوری به‌طور محسوسی ارتقا می‌دهد، در حالی که بلورین شدن می‌تواند این خاصیت را کاهش دهد (۲۶-۲۸). این نتایج با گزارش Taghian Dehaghani و همکاران (۲۸) همخوانی دارد که نشان دادند نمونه‌های آمورف نسبت به نمونه‌های بلوری سرعت بالاتری در تشکیل هیدروکسی‌آپاتیت دارند. Wen و همکاران (۲۷) نیز بیان کردند که شیشه‌های زیستی آمورف در محیط شبیه‌ساز بدن (SBF) واکنش‌پذیری بیشتری داشته و زیست‌فعالی بالاتری از خود نشان می‌دهند. همچنین، Skallevoid و همکاران (۲۶) گزارش کردند که بلورین شدن در پوشش‌های بیوگلاس موجب کاهش قابلیت تشکیل لایه آپاتیتی می‌شود. مطالعات جدیدتر نیز این موضوع را تقویت کرده‌اند، Araki و همکاران (۲۹) نشان دادند که حتی در شیشه‌های زیستی دوپ‌شده با نقره، حفظ ساختار آمورف موجب تسریع تشکیل هیدروکسی‌آپاتیت می‌شود و Kaou و همکاران (۳۰) در یک مرور جامع تأکید کردند که ماهیت آمورف نقش کلیدی در آزادسازی مؤثر یون‌های زیستی و تسریع فرآیند معدنی‌شدن دارد. مقایسه این مطالعات با نتایج حاضر نشان می‌دهد که حفظ ساختار آمورف پس از عملیات حرارتی در ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد یکی از مزیت‌های اصلی پوشش به‌دست‌آمده است و می‌تواند عامل کلیدی در افزایش عملکرد زیستی آن باشد.



شکل ۴- الگوی پراش پرتو X نمونه SV

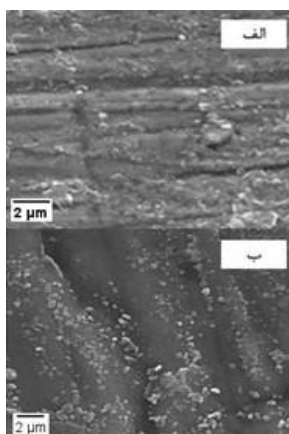
۳- آزمون چسبندگی

بر اساس بررسی نمونه SV زیر میکروسکوپ نوری نشان داده‌شده در شکل ۵، و طبق جدول ۲ ارائه شده در استاندارد ASTM D3359-B، چسبندگی پوشش در طبقه 5B قرار می‌گیرد، به این معنا که نمونه از چسبندگی عالی برخوردار است.

این نتیجه در مقایسه با پژوهش‌های مشابه برجسته است. Nawaz و همکاران (۳۱) در پوشش‌های ترکیبی شیشه زیست‌فعال-هیدروکسی‌آپاتیت چسبندگی 4B گزارش کردند که کمتر از نتیجه حاضر است. Singh و همکاران (۳۲) با استفاده از زیرلایه‌ای که با لیزر بافت‌دهی شده بود، چسبندگی را از ۲/۴۶ به ۴/۲ مگاپاسکال افزایش دادند، در حالی که در این پژوهش، بدون نیاز به اصلاح سطح زیرلایه، چسبندگی عالی (5B) حاصل شد. همچنین Rehman و همکاران (۳۳) در پوشش‌های تهیه‌شده با روش رسوب‌گذاری الکتروفروریتیک

می‌سازد. این ساختارهای کروی که به‌صورت جزایر متراکم و پراکنده تشکیل شده‌اند، معرف رشد کریستال‌های اولیه هیدروکسی‌آپاتیت (HA) هستند. بر اساس گزارش‌های علمی، چنین ذراتی با لبه‌های نرم و ساختار خوشه‌ای از ویژگی‌های بارز رشد لایه آپاتیتی در محیط‌های غنی از یون‌های کلسیم و فسفات محسوب می‌شوند و معمولاً در سطوحی با قابلیت القای زیست‌معدنی ظاهر می‌شوند (۳۸). آزمون SBF نیز به‌طور گسترده به‌عنوان روش استاندارد ارزیابی زیست‌فعالی درون‌تنی پذیرفته شده است (۲۴). مطالعات مشابه در سیستم‌های $\text{SiO}_2\text{-CaO-P}_2\text{O}_5$ نیز گزارش کرده‌اند که رسوبات Ca-P در همان روزهای ابتدایی (۱ تا ۳ روز) تشکیل می‌شوند (۳۹-۴۱). بنابراین مشاهده چنین ساختارهایی در تصاویر SEM پس از سه روز نشان‌دهنده زیست‌فعالی مطلوب پوشش و توانایی آن در تسهیل معدنی‌شدن زیستی است.

نتایج طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FTIR) در شکل ۷ نیز یافته‌های فوق را تأیید می‌کند. در طیف نمونه SV، قله مشاهده شده در 469 cm^{-1} به پیوند Si-O-Si مربوط است و باندهای 569 cm^{-1} و 605 cm^{-1} که پس از سه روز ظاهر شدند به ارتعاش‌های P-O اختصاص دارند و نشان‌دهنده تشکیل گروه‌های فسفاتی مرتبط با هیدروکسی‌آپاتیت (HA) هستند. برخی قله‌های جانبی می‌توانند ناشی از زمینه فولادی زیرلایه باشند، اما حضور واضح باندهای P-O بیانگر آغاز فرآیند زیست‌فعالی در مدت کوتاه است. این نتایج با گزارش Logavi و همکاران (۴۲) قابل مقایسه است، آن‌ها باند P-O را در 527 cm^{-1} پس از ۱۴ روز غوطه‌وری شناسایی کردند. بنابراین در پژوهش حاضر ظهور باندهای فسفاتی در مدت کوتاه‌تر (سه روز) نسبت به مطالعه Logavi و همکاران (چهارده روز) نشان‌دهنده آغاز سریع‌تر فرآیند معدنی‌شدن زیستی است. ترکیب داده‌های حاصل از SEM و FTIR نشان می‌دهد که پوشش تولیدشده طی سه روز قادر به شروع معدنی‌شدن زیستی بوده و بستر مناسبی برای رشد لایه‌های آپاتیتی فراهم کرده است. این نتایج تأیید می‌کنند که پوشش حاضر در شرایط شبه‌فیزیولوژیکی، می‌تواند اتصال استخوانی را تسهیل کرده و نقش مؤثری در یکپارچگی ایمپلنت با بافت زنده ایفا کند.

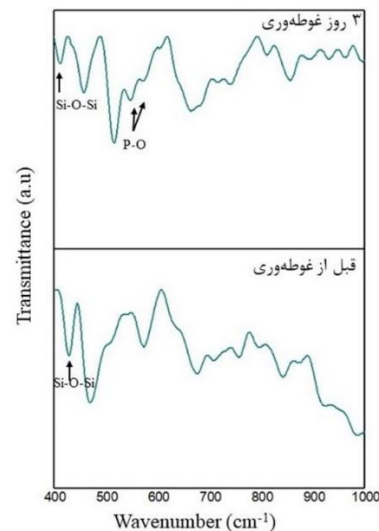


شکل ۶- تصاویر SEM (الف) قبل از غوطه‌وری در SBF و (ب) بعد از غوطه‌وری در SBF

پوشش‌های نازک با ضخامت کمتر از ۲ میکرومتر اهمیت بیشتری دارد، زیرا احتمال نفوذ عمق فرورفتگی به زیرلایه وجود دارد که می‌تواند باعث تأثیر خواص مکانیکی زیرلایه بر نتایج شود (۳۵). در این پژوهش، سختی پوشش شیشه زیست‌فعال حدود 230 GPa و یکرز و سختی زیرلایه فولاد زنگ‌نزن 316 L حدود 198 GPa و یکرز اندازه‌گیری شد. نتایج آزمون میکروسختی ویکرز نشان داد که سختی نمونه‌های پوشش‌دار نسبت به زیرلایه فولاد 316 L افزایش یافته و مقدار میانگین آن حدود 230 HV بود، در حالی که سختی زیرلایه بدون پوشش در محدوده 198 HV قرار داشت. این افزایش بیانگر نقش پوشش در بهبود خواص مکانیکی سطح است. برای ارزیابی اثر احتمالی زیرلایه بر نتایج، عمق فرورفتگی بر اساس داده‌های آزمون محاسبه شد. با بار اعمالی 100 gf و مقدار سختی 230 HV ، قطر مورب فرورفتگی حدود $28/4\text{ }\mu\text{m}$ و عمق تقریبی آن حدود $4/1\text{ }\mu\text{m}$ به‌دست آمد. از آن‌جا که ضخامت پوشش حدود $1/91\text{ }\mu\text{m}$ بود، می‌توان نتیجه گرفت که مقادیر سختی اندازه‌گیری شده به‌عنوان سختی ظاهری (apparent hardness) یا ترکیبی از پوشش و زیرلایه قابل تفسیر است. با وجود این حال، انحراف معیار پایین داده‌ها و افزایش محسوس سختی نسبت به زیرلایه نشان می‌دهد که پوشش نقش قابل توجهی در بهبود مقاومت مکانیکی سطح داشته است. لازم به ذکر است که برای تعیین سختی ذاتی پوشش در پژوهش‌های آینده، استفاده از بارهای پایین‌تر یا آزمون نانوسختی (nanoindentation) توصیه می‌شود. نتایج این پژوهش در مقایسه با مطالعات مشابه اهمیت یافته‌های به دست آمده را آشکارتر می‌سازد. به‌طور مثال، Atabaki و همکاران (۳۶) سختی پوشش‌های سل-ژل را در محدوده 58 تا 153 GPa (بسته به دمای عملیات حرارتی) گزارش کردند که به‌طور قابل توجهی کمتر از مقدار حاصل در این پژوهش است. همچنین در پوشش‌های شیشه زیست‌فعال تهیه‌شده به روش پاشش شعله‌ای، سختی در بازه $4/1$ تا $5/2\text{ GPa}$ گزارش شده است. اگرچه نتایج Monsalve و همکاران (۳۷)، مقادیر بالاتری از میکروسختی را نشان می‌دهد، اما این روش نیازمند تجهیزات گران‌قیمت و شرایط فرایندی پیچیده است. در مقابل، فرایند سل-ژل/غوطه‌وری مورد استفاده در این پژوهش با وجود سادگی و هزینه پایین، موفق به دستیابی به سختی بالاتر از سایر مطالعات مبتنی بر سل-ژل و قابل مقایسه با روش‌های پیشرفته‌تر شده است.

۵- بررسی زیست‌فعالی نمونه توسط آزمون غوطه‌وری در مایع شبیه ساز بدن (SBF)

پس از پایان فرآیند غوطه‌وری، سطح نمونه‌ها با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد بررسی قرار گرفت. تصاویر حاصل تغییرات آشکاری را در مورفولوژی پوشش پیش و پس از غوطه‌وری نشان دادند. در تصویر پیش از غوطه‌وری (شکل ۶-الف)، سطح پوشش صاف، یکنواخت و عاری از رسوبات ثانویه مشاهده شد که وضعیت اولیه پوشش پیش از قرارگیری در محیط شبیه‌سازی شده بدن را نشان می‌دهد. در مقابل، تصویر مربوط به نمونه غوطه‌ور در محلول SBF (شکل ۶-ب) حضور گسترده رسوبات کروی و تجمعات دانه‌ای را آشکار



شکل ۷- طیف حاصل از نمونه‌ی SV قبل و بعد از ۳ روز غوطه‌وری در محلول SBF در دمای ۳۷ درجه‌ی سانتی‌گراد

۶-آزمون‌های الکتروشیمیایی

در آغاز هر آزمون و پس از ۳۶ ساعت غوطه‌وری نمونه‌ها، به‌منظور دستیابی به شرایط پایدار، پتانسیل مدار باز (OCP) هر نمونه نسبت به الکتروود مرجع پایش شد. زمان لازم برای رسیدن به حالت پایدار در نمونه بدون پوشش حدود ۴۵ دقیقه و در نمونه‌های پوشش دار حدود ۶۰ دقیقه بود. در نهایت آزمون طیف‌سنجی امپدانس و پلاریزاسیون انجام شد.

شکل ۸ منحنی‌های پلاریزاسیون نمونه فولاد زنگ‌زن ۳۱۶L و نمونه پوشش‌دار SV را نشان می‌دهد. همچنین مقادیر پتانسیل خوردگی، چگالی جریان و سایر پارامترهای الکتروشیمیایی استخراج شده از منحنی‌های پلاریزاسیون پتانسیودینامیک در جدول ۴ ارائه شده‌اند.

جدول ۴- پارامترهای الکتروشیمیایی به دست آمده از

منحنی‌های پلاریزاسیون پتانسیودینامیک

پارامترهای الکتروشیمیایی	۳۱۶L	SV
E_{corr} vs Ag/AgCl (mV)	$-338/800 \pm 11/500$	$-405/8 \pm 3/900$
I_{corr} ($\mu A/cm^2$)	$0/520 \pm 0/1080$	$0/086 \pm 0/0270$
b_a (V/dec)	$0/134 \pm 0/0310$	$0/220 \pm 0/0760$
b_c (V/dec)	$0/064 \pm 0/0090$	$0/072 \pm 0/0075$
C.Rate (mm/year)	$0/0053 \pm 0/0021$	$0/0009 \pm 0/0003$

نتایج آزمون پلاریزاسیون تافل نشان داد که اعمال پوشش شیشه زیست‌فعال اثر قابل توجهی بر بهبود رفتار خوردگی فولاد زنگ‌زن ۳۱۶L دارد. اگرچه پتانسیل خوردگی (E_{corr}) نمونه SV از $-338/8$ به $-405/8$ میلی‌ولت در مقابل Ag/AgCl تغییر یافته و به سمت منفی‌تر جابه‌جا شده است، اما کاهش چشمگیر چگالی جریان خوردگی (I_{corr}) از $0/520$ به $0/086$ میکروآمپر بر سانتی‌متر مربع و

نیز افت نرخ خوردگی از $0/0053$ به $0/0009$ میلی‌متر در سال، به‌وضوح بیانگر افزایش مقاومت به خوردگی است. کاهش پتانسیل خوردگی پوشش به نواحی فعال کاتدی نسبت داده می‌شود و بیانگر دشوارتر شدن فرآیند احیای اکسیژن در سطح نمونه SV است. در واقع، در ارزیابی جامع رفتار خوردگی، کاهش جریان خوردگی و نرخ تخریب، شاخص‌های معتبرتری نسبت به E_{corr} محسوب می‌شوند. افزایش محسوس شیب آندی (b_a) از $0/134$ (V/dec) به $0/220$ (V/dec) و تغییر شیب کاتدی (b_c) از $0/064$ (V/dec) به $0/072$ (V/dec)، نشان می‌دهد که مکانیزم غالب مهار خوردگی از نوع آندی بوده است. این بدان معناست که پوشش با محدود کردن واکنش‌های اکسیداسیون سطح فلز، به‌ویژه آزادسازی یون‌های فلزی به محیط، نقش مؤثری در حفاظت از زیرلایه ایفا کرده است. همچنین، شیفت کلی نمودار پلاریزاسیون به سمت مقادیر پایین‌تر و چپ‌تر کاهش نرخ واکنش‌های الکتروشیمیایی در هر دو نیم‌سلول را تأیید می‌کند. از سوی دیگر، از آنجا که فولاد زنگ‌زن ۳۱۶L مستعد تشکیل لایه پسیو است، اما این لایه در محیط‌های فیزیولوژی ممکن است ناپایدار باشد، پوشش شیشه زیست‌فعال با ایجاد یک سد فیزیکی و شیمیایی، از تخریب یا ناپایداری لایه پسیو جلوگیری کرده و در نتیجه موجب ارتقای پایداری و افزایش طول عمر ایمپلنت می‌شود. بنابراین، نتایج به‌وضوح نشان می‌دهند که پوشش شیشه زیست‌فعال مقاومت به خوردگی زیرلایه فولاد زنگ‌زن ۳۱۶L را به‌طور چشمگیری بهبود بخشیده است. در محیط شبیه‌ساز بدن (SBF) و در حضور اکسیژن محلول، واکنش کاتدی غالب در سطح پوشش، احیای اکسیژن است که موجب افزایش

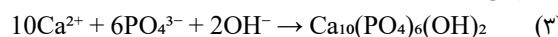
pH موضعی می‌شود. این واکنش به صورت زیر است:



افزایش یون‌های هیدروکسید (OH^-) ناشی از این واکنش باعث بالا رفتن pH موضعی در سطح پوشش می‌شود. همزمان با این روند، یون‌های کلسیم (Ca^{2+}) و فسفات (PO_4^{3-}) از ساختار شیشه زیست‌فعال به محیط آزاد می‌شوند:

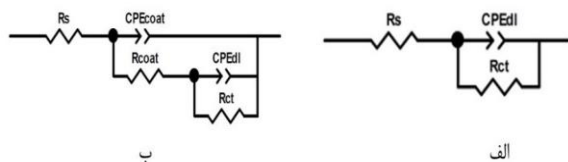


شرایط قلیایی ناشی از واکنش کاتدی و حضور یون‌های آزاد شده، زمینه‌ی مناسب برای رسوب و تشکیل هیدروکسی‌آپاتیت (HA) را فراهم می‌کند:



همچنین، بر اساس آزمون زیست‌فعالی شکل ۶ مشاهده شد که در نمونه پوشش‌داده‌شده با شیشه زیست‌فعال، در طول غوطه‌وری و تا رسیدن به حالت پایدار، لایه‌ای از هیدروکسی‌آپاتیت بر سطح تشکیل شده است. این لایه با پوشاندن منافذ، ترک‌ها و عیوب سطحی، موجب افزایش مقاومت به خوردگی و کاهش نرخ خوردگی در مقایسه با نمونه بدون پوشش شد.

مشاهده شیفت پتانسیل خوردگی به مقادیر منفی‌تر (نسبت به زیرلایه بدون پوشش) می‌تواند نشانگر افزایش فعالیت کاتدی باشد که شرایط مناسبی را برای رسوب ترکیبات زیست‌فعال از جمله هیدروکسی‌آپاتیت (HA) فراهم می‌سازد. بنابراین، این پدیده نه تنها بیانگر تغییر در رفتار الکتروشیمیایی است، بلکه می‌تواند به‌عنوان



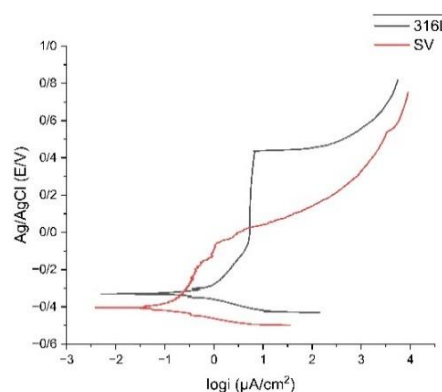
شکل ۹- مدارهای الکتریکی معادل منحنی‌های آزمون امیدانس الکتروشیمیایی (نمونه‌ی الف) ۳۱۶L، (ب) SV

در نمودار نایکوئیست (شکل ۱۰-الف)، نمونه ۳۱۶L تنها یک نیم‌دایره کوچک را در ناحیه فرکانس‌های بالا تا میانی نشان می‌دهد که به فرایند انتقال بار سطحی نسبت داده می‌شود و حاکی از مقاومت پایین به خوردگی است. این موضوع با مقدار R_{ct} معادل $1/97 \Omega \cdot \text{cm}^2$ نیز تأیید می‌شود. در مقابل، نمونه‌ی SV دارای نیم‌دایره‌ای با قطر بسیار بزرگ‌تر و کشیده‌تر است که نشان‌دهنده افزایش قابل توجه مقاومت به خوردگی پس از اعمال پوشش می‌باشد. حضور دو ثابت زمانی در این مدار، وجود دو فرایند مجزا در پاسخ الکتروشیمیایی نمونه پوشش‌دار را تأیید می‌کند. در نمودار بد (Bode) از لحاظ امیدانس (شکل ۱۰-ب)، نمونه‌ی SV مقادیر بالاتری از امیدانس را در کل بازه‌ی فرکانسی، به‌ویژه در فرکانس‌های پایین، از خود نشان می‌دهد. امیدانس در فرکانس‌های پایین نمایانگر مجموع مقاومت‌های واقعی است و بیانگر ممانعت مؤثرتر در برابر عبور یون‌ها و در نتیجه کاهش نرخ خوردگی است. در نمودار فاز بد (Bode) (شکل ۱۰-پ)، نمونه‌ی ۳۱۶L تنها یک قله فاز دارد، در حالی که در منحنی نمونه‌ی SV دو قله فاز مجزا مشاهده می‌شود. این موضوع نشان‌دهنده وجود دو ثابت زمانی متمایز در سیستم است که به ترتیب مربوط به پوشش و سطح مشترک پوشش/فلز هستند و بیانگر ساختار لایه‌ای پیچیده‌تر و رفتار بازدارندگی مؤثرتر پوشش می‌باشد. مقادیر استخراج‌شده از برازش نیز این روند را تأیید می‌کند. مقاومت پوشش (R_{coat}) در نمونه‌ی SV برابر با $93.04 \Omega \cdot \text{cm}^2$ است که تأییدی بر نفوذناپذیری بالای پوشش می‌باشد. همچنین مقاومت انتقال بار (R_{ct}) از $1/97 \Omega \cdot \text{cm}^2$ برای نمونه‌ی ۳۱۶L به $5/63 \Omega \cdot \text{cm}^2$ برای نمونه‌ی SV افزایش یافته است که نمایانگر کاهش سرعت واکنش‌های خوردگی در سطح زیرین است.

این نتایج با گزارش Gąsiorek و همکاران (۴۴) نیز همخوانی دارد. آن‌ها در بررسی پوشش‌های سل-ژل سیلیکاتی روی فولاد کربنی، با استفاده از آزمون‌های پلاریزاسیون و امیدانس الکتروشیمیایی نشان دادند که مقاومت انتقال بار (R_{ct}) در نمونه‌های پوشش‌دار به‌طور قابل توجهی افزایش یافته و نمودارهای نایکوئیست و بد بیانگر حضور دو ثابت زمانی در سیستم پوشش‌دار را نشان می‌دهند. این موضوع مشابه نتایج حاضر است که در آن نمونه‌ی پوشش‌دار SV نسبت به زیرلایه‌ی ۳۱۶L رفتار بازدارندگی بهتری نشان داد و حضور دو ثابت زمانی در پاسخ EIS مشاهده شد. مقایسه این دو مطالعه تأیید می‌کند که پوشش‌های سل-ژل، صرف‌نظر از نوع زیرلایه، با ایجاد لایه‌ای یکنواخت و مقاوم، می‌توانند به‌طور مؤثر مقاومت به خوردگی را افزایش دهند.

در نمونه‌ی SV، کاهش مقدار Y_{dl} نسبت به نمونه ۳۱۶L، نشان‌دهنده‌ی کاهش سطح فعال الکترودی در تماس با الکترولیت

شاخصی تکمیلی برای ارزیابی زیست‌فعالیت پوشش در محیط‌های مشابه بدن نیز در نظر گرفته شود. در نتیجه، شیف‌ت پتانسیل به سمت مقادیر منفی‌تر، علاوه بر نشان دادن افزایش فعالیت کاتدی، تأییدکننده فراهم شدن بستر لازم برای تشکیل هیدروکسی‌آپاتیت و ارتقاء زیست‌فعالیت پوشش است. یافته‌های این پژوهش با گزارش‌های پیشین نیز همخوانی دارد. برای نمونه، در برخی مطالعات نشان داده شده است که تشکیل رسوبات آپاتیتی روی پوشش‌های سل-ژل سیلیکاتی موجب بهبود مقاومت خوردگی می‌شود (۱۶). همچنین در یک مطالعه‌ی دیگر بر روی پوشش‌های CaP/Bioglass، طی غوطه‌وری طولانی‌مدت (۲۱ روز) ابتدا شیف‌ت مثبت پتانسیل و سپس کاهش آن گزارش شده است، در حالی که مقاومت خوردگی همچنان نسبت به زیرلایه‌ی بدون پوشش در سطح بالاتری باقی مانده بود (۴۳). مقایسه این نتایج با یافته‌های حاضر نشان می‌دهد که شیف‌ت پتانسیل به سمت مقادیر منفی‌تر الزاماً بیانگر تخریب لایه پسیو نیست، بلکه می‌تواند بخشی از مکانیزم آزاد شدن یون‌ها و آغاز فرایند معدنی‌شدن زیستی باشد.



شکل ۸-مقایسه منحنی‌های آزمون پلاریزاسیون

داده‌های به‌دست‌آمده از آزمون امیدانس با استفاده از مدارهای معادل الکتریکی برازش شدند تا مکانیزم‌های الکتروشیمیایی در سطح مشترک الکتروود/محلول تبیین شوند.

برای نمونه ۳۱۶L (شکل ۹-الف) مدار معادل شامل یک مقاومت سری (R_s)، یک عنصر فاز ثابت (CPE_{dl}) موازی با مقاومت انتقال بار (R_{ct}) به کار رفت که به ترتیب نمایانگر مقاومت محلول، ظرفیت شبه‌خازنی لایه‌ی دوتایی و مقاومت واکنش‌های خوردگی در سطح فولاد بدون پوشش هستند. در مقابل، برای نمونه پوشش‌داده‌شده با شیشه زیست‌فعال، مدار معادل (شکل ۹-ب) متشکل از مقاومت سری R_s ، یک ثابت زمانی مربوط به پوشش شامل CPE_{coat} موازی با R_{coat} و یک ثابت زمانی دیگر مربوط به سطح مشترک پوشش/فلز شامل CPE_{dl} موازی با R_{ct} مورد استفاده قرار گرفت.

انتخاب مدارهای معادل بر اساس تحلیل نمودارهای امیدانس صورت گرفت. به‌گونه‌ای که در نمونه‌ی ۳۱۶L تنها یک ثابت زمانی در منحنی‌های بد (Bode) قابل مشاهده است، در حالی که برای نمونه‌ی SV دو ثابت زمانی مشخص دیده می‌شود که به ترتیب مربوط به پاسخ پوشش و لایه‌ی دوگانه‌ی سطحی در مرز پوشش/فلز هستند.

نمودارهای نایکوئیست و بد (Bode) مربوط به این آزمون در شکل ۱۰ ارائه شده‌اند و مقادیر پارامترهای حاصل از برازش مدارهای معادل در

۷۳۷ است. این کاهش ناشی از تشکیل یک لایه‌ی محافظ بر سطح فولاد
 ۷۳۸ است که تماس مستقیم بین سطح فلز و محیط خورنده را محدود
 ۷۳۹ می‌کند. علاوه بر این، افزایش شاخص n_{dl} از ۰/۴۳ به ۰/۹۳ حاکی از
 ۷۴۰ نزدیک‌تر شدن رفتار سیستم به یک خازن ایده‌آل و یکنواخت‌تر شدن
 ۷۴۱ سطح و پاسخ الکتروشیمیایی است. از سوی دیگر، مقدار پایین‌تر Y_{dl}
 ۷۴۲ نیز به معنای ثابت دی‌الکتریک مناسب و ضخامت کافی پوشش است،
 ۷۴۳ که در مجموع باعث کاهش نفوذپذیری پوشش نسبت به یون‌ها شده و

۷۵۰

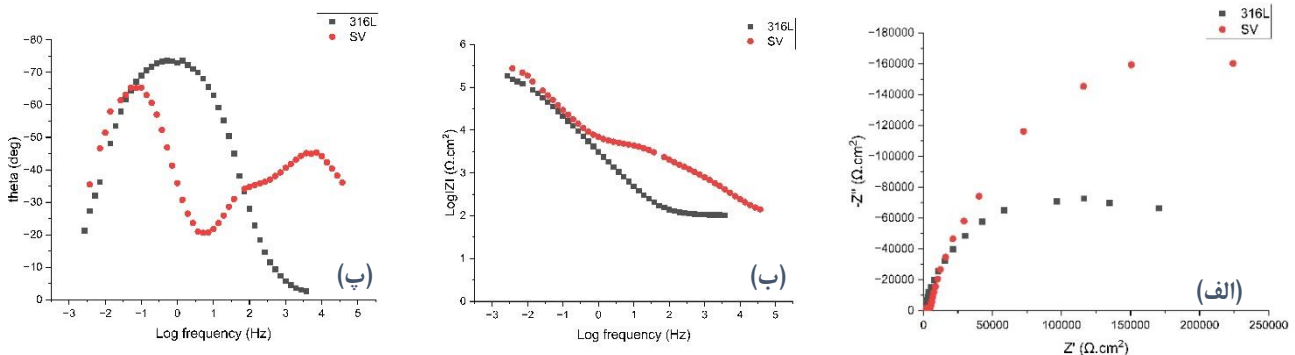
جدول ۵- پارامترهای الکتروشیمیایی بدست آمده از منحنی‌های آزمون امپدانس الکتروشیمیایی

۷۵۱

نام نمونه	CPE_c			CPE_{dl}			R_{ct} ($\Omega.cm^2$) 10^5
	R_s ($\Omega.cm^2$)	Y_c ($S^n/\Omega.cm^2$) 10^{-6}	n_c	R_{coat} ($\Omega.cm^2$)	Y_{dl} ($S^n/\Omega.cm^2$) 10^{-5}	n_{dl}	
316L	101.17 ± 5.76	—	—	—	1.20 ± 1.48	0.43 ± 0.02	1.97 ± 0.02
SV	70.83 ± 1.57	2.24 ± 0.12	0.56 ± 1.48	93.04 ± 5.75	3.91 ± 0.73	0.93 ± 0.16	5.63 ± 0.16

۷۵۲

۷۵۳



شکل ۱۰- نمودارهای امپدانس به‌دست آمده از آزمون EIS مربوط به ۳۱۶L و نمونه‌ی SV (الف) نمودار نایکوئیست، (ب) نمودار بد مقداری و (پ) نمودار بد فازی

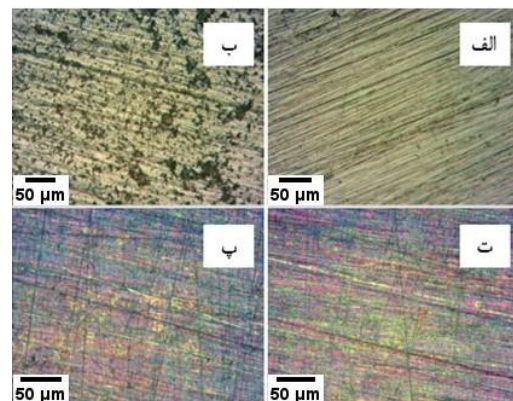
۷۵۴

۷۵۵

۷۵۶ در نهایت سطح نمونه‌ها پس از آزمون پتانسیودینامیک توسط
 ۷۵۷ میکروسکوپ نوری بررسی شد. تصاویر در شکل ۱۱ آورده شده است.
 ۷۵۸ در این تصاویر پیداست که پوشش پس از آزمون مخرب
 ۷۵۹ پتانسیودینامیک همچنان بر روی سطح باقی مانده است در صورتیکه
 ۷۶۰ فولاد ۳۱۶L کاملاً دچار خوردگی شده‌است.

۷۶۱ شکل ۱۱- سطح نمونه‌ها پس از آزمون پلاریزاسیون
 ۷۶۲ پتانسیودینامیک (الف) نمونه‌ی ۳۱۶L، (ب) نمونه‌ی ۳۱۶L
 ۷۶۳ پس از آزمون، (پ) نمونه SV قبل از آزمون و (ت) نمونه‌ی
 ۷۶۴ SV پس از آزمون
 ۷۶۵ نتیجه‌گیری

۷۶۶ پوشش شیشه زیست‌فعال با روش سل-ژل با تکنیک غوطه‌وری روی
 ۷۶۷ فولاد زنگ‌زن ۳۱۶L ایجاد شد. بررسی‌ها نشان دادند که سرعت
 ۷۶۸ حرکت زیرلایه و ویسکوزیته سل نقش تعیین‌کننده‌ای در کیفیت دارند،
 ۷۶۹ به‌گونه‌ای که سرعت بالا موجب افزایش ضخامت و ترک‌خوردگی و
 ۷۷۰ سرعت پایین سبب ناپوستگی پوشش شد. در نهایت، بهترین نتیجه در
 ۷۷۱ سرعت ۴ سانتی‌متر بر دقیقه و ویسکوزیته کاهش‌یافته به‌دست آمد که
 ۷۷۲ پوششی یکنواخت و پایدار ایجاد کرد. لازم به ذکر است که در سرعت
 ۷۷۳ ۸ cm/min ترک‌خوردگی عمدتاً ناشی از ضخامت بالای لایه بود.
 ۷۷۴ تغییر ویسکوزیته به‌تنهایی نمی‌تواند به‌طور کامل این مشکل را رفع
 ۷۷۵ کند، هرچند در مطالعات آینده بررسی این پارامتر در سرعت‌های بالاتر



- می‌تواند مفید باشد. تصاویر SEM پوششی یکنواخت و بدون ترک را
تأیید کردند. همچنین نتایج XRD پس از عملیات حرارتی در ۷۰۰
درجه نشان داد، پوشش در حالت آمورف باقی مانده که برای حفظ
زیست‌فعالی ضروری است. با وجود ضخامت کم (۱/۹۱ میکرومتر)،
سختی سطح به ۲۳۰ ویکرز رسید که نسبت به زیرلایه افزایش داشته
و بیانگر بهبود خواص مکانیکی است. بررسی زیست‌فعالی پوشش در
محلول شبیه‌ساز بدن (SBF) نشان داد که پس از سه روز، رسوبات
اولیه کلسیم‌فسفاتی به‌صورت ساختارهای کروی بر سطح تشکیل شدند
که به‌عنوان شاخص آغاز فرآیند زیست‌فعالی شناخته می‌شوند.
طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FTIR) نیز پس از سه روز
غوطه‌وری، باندهای مشخصی در نواحی ۵۶۹ و ۶۰۵ cm^{-1} نشان داد
که مربوط به پیوندهای P-O بوده و بیانگر شروع فرآیند معدنی‌شدن
زیستی و تشکیل هیدروکسی‌آپاتیت را تأیید می‌کنند. این نتایج همراه
با تصاویر SEM، القای زیست‌فعالی پوشش را به‌طور مستقیم تأیید
می‌کنند. آزمون‌های خوردگی در محیط شبیه‌ساز بدن (SBF) نشان
دادند که پوشش شیشه زیست‌فعال، مقاومت به خوردگی فولاد ۳۱۶L
را به‌طور قابل‌توجهی افزایش داده است، به‌طوری‌که چگالی جریان
خوردگی از ۰/۵۲۰ به ۰/۰۸۶ $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ و نرخ خوردگی از ۰/۰۰۵۳ به
۰/۰۰۰۹ میلی‌متر در سال کاهش یافت. آزمون EIS نیز افزایش
مقاومت انتقال بار و مقاومت پوشش را تأیید کردند که نشان‌دهنده
نفوذناپذیری و کارایی بالای آن است. کاهش Y_{dl} و افزایش n_{dl}
تشکیل لایه‌ای یکنواخت و کاهش سطح فعال الکتروود را نشان داد.
همچنین آزادسازی یون‌های کلسیم و فسفات در SBF شرایط قلیایی
و تشکیل لایه هیدروکسی‌آپاتیت را فراهم کرده و با پرکردن عيوب
سطحی، مقاومت به خوردگی را افزایش داده است. شیفت پتانسیل
خوردگی به سمت مقادیر منفی‌تر نیز بیانگر افزایش فعالیت کاتدی و
ایجاد بستر مناسب برای رسوب ترکیبات زیست‌فعال است. در مجموع،
پوشش حاصل با ساختار متخلخل، ماهیت آمورف پایدار و خواص
ضدخوردگی مطلوب، گزینه‌ای امیدوارکننده برای کاربردهای
زیست‌پزشکی محسوب می‌شود.
در مجموع، پوشش به‌دست‌آمده با ساختار متخلخل، ماهیت آمورف
پایدار، نتایج مثبت FTIR و خواص ضدخوردگی مطلوب، گزینه‌ای
امیدبخش برای کاربردهای زیست‌پزشکی محسوب می‌شود. با این حال،
انجام آزمون‌های طولانی‌تر (۷ و ۱۴ روز) برای بررسی پایداری و تکامل
لایه آپاتیتی و همچنین استفاده از بسترهای قابل جداسازی یا شفاف
برای تحلیل دقیق‌تر FTIR در پژوهش‌های آینده ضروری خواهد بود.
- ملاحظات اخلاقی پیروی از اصول اخلاق پژوهش**
همکاری مشارکت‌کنندگان در تحقیق حاضر به صورت داوطلبانه و با
رضایت آنان بوده است.
- حامی مالی**
- نویسندگان مراتب قدردانی خود را از حمایت مالی دانشگاه شیراز در
قالب طرح تحقیقاتی داخلی (کد طرح: GCD4M222430) ابراز
می‌دارند.
- مشارکت نویسندگان**
انجام آزمایش‌ها: تارا عسگری ارجنکی؛
تحلیل داده‌ها و نتایج: تارا عسگری ارجنکی، منصور رهسپار
نگارش نهایی: تارا عسگری ارجنکی، منصور رهسپار
- تعارض منافع**
بنابر اظهار نویسندگان، مقاله حاضر فاقد هرگونه تعارض منافع بوده
است.

References

- Ackun-Farmmer MA, Overby CT, Haws BE, Choe R, Benoit DSW. Biomaterials for orthopedic diagnostics and theranostics. Curr Opin Biomed Eng. 2021 Sep 1;19:100308.
- Martin AB, Hartman M, Washington B, Catlin A. National Health Expenditures In 2023: Faster Growth As Insurance Coverage And Utilization Increased. Health Aff. 2025 Jan 1;44(1):12–22.
- Yadav VS, Sankar MR, Pandey LM. Coating of bioactive glass on magnesium alloys to improve its degradation behavior: Interfacial aspects. Journal of Magnesium and Alloys. 2020 Dec 1;8(4):999–1015.
- Rai P, Rai A, Kumar V, Chaturvedi RK, Singh VK. Corrosion study of biodegradable magnesium based 1393 bioactive glass in simulated body fluid. Ceram Int [Internet]. 2019;45(14):16893–903. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.05.234>
- Nawaz A, Bano S, Yasir M, Wadood A, Ur Rehman MA. Ag and Mn-doped mesoporous bioactive glass nanoparticles incorporated into the

- Available from: 9.6
<https://www.intechopen.com/chapters/50915> 9.7
9.8
13. Romero-Gavilán F, Suay J, 9.9
Romero-Gavilán F, Suay J. 9.10
Application of Silica Sol-Gel 9.11
Coatings for the Bioactivation of 9.12
Metallic Implants. Sol-Gel - A 9.13
Versatile and Wide Technology 9.14
[Working Title] [Internet]. 2025 Jan 9.15
16 [cited 2025 Feb 11]; Available 9.16
from: 9.17
<https://www.intechopen.com/online-first/1206039> 9.18
9.19
14. Li R, Clark AE, Hench LL. An 9.20
investigation of bioactive glass 9.21
powders by sol-gel processing. 9.22
Journal of Applied Biomaterials 9.23
[Internet]. 1991 Dec 1 [cited 2023 Jul 9.24
23];2(4):231–9. Available from: 9.25
<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/jab.770020403> 9.26
9.27
15. Kravanja KA, Finšgar M. A 9.28
review of techniques for the 9.29
application of bioactive coatings on 9.30
metal-based implants to achieve 9.31
controlled release of active 9.32
ingredients. Mater Des. 2022 May 9.33
1;217:110653. 9.34
16. García C, Ceré S, Durán A. 9.35
Bioactive coatings prepared by sol- 9.36
gel on stainless steel 316L. J Non 9.37
Cryst Solids [Internet]. 2004 Nov 15 9.38
[cited 2025 Aug 27];348:218–24. 9.39
Available from: 9.40
https://www.researchgate.net/publication/222579128_Bioactive_Coatings_Prepared_by_Sol-Gel_on_Stainless_Steel_316L 9.41
9.42
9.43
9.44
17. Mehdi pour M, Afshar A, 9.45
Mohebbali M. Electrophoretic 9.46
deposition of bioactive glass coating 9.47
on 316L stainless steel and 9.48
electrochemical behavior study. Appl 9.49
Surf Sci. 2012 Oct 1;258(24):9832– 9.50
9. 9.51
18. Maximov M, Maximov OC, 9.52
Craciun L, Ficai D, Ficai A, 9.53
Andronesu E. Bioactive Glass—An 9.54
chitosan/gelatin coatings deposited 9.55
on PEEK/bioactive glass layers for 9.56
favorable osteogenic differentiation 9.57
and antibacterial activity. Mater Adv. 9.58
2020;1(5):1273–84. 9.59
6. Galliano P, José J, José J, 9.60
Damborenea DE, Jes'us M, Jes'us J, 9.61
et al. Sol-Gel Coatings on 316L Steel 9.62
for Clinical Applications. Vol. 5, 9.63
Journal of Sol-Gel Science and 9.64
Technology. 1998. 9.65
7. Chen Q, Thouas GA. Metallic 9.66
implant biomaterials. Materials 9.67
Science and Engineering: R: 9.68
Reports. 2015 Jan 1;87:1–57. 9.69
8. Manam NS, Harun WSW, Shri DNA, 9.70
Ghani SAC, Kurniawan T, Ismail 9.71
MH, et al. Study of corrosion in 9.72
biocompatible metals for implants: A 9.73
review. J Alloys Compd. 2017 Apr 9.74
15;701:698–715. 9.75
9. Sharifianjazi F, Sharifianjazi M, 9.76
Irandoost M, Tavamaishvili K, 9.77
Mohabatkhan M, Montazerian M. 9.78
Advances in Zinc-Containing 9.79
Bioactive Glasses: A Comprehensive 9.80
Review. Journal of Functional 9.81
Biomaterials 2024, Vol 15, Page 258 9.82
[Internet]. 2024 Sep 8 [cited 2025 9.83
Feb 11];15(9):258. Available from: 9.84
<https://www.mdpi.com/2079-4983/15/9/258/htm> 9.85
9.86
10. Hench LL. The story of 9.87
Bioglass®. J Mater Sci Mater Med. 9.88
2006 Nov;17(11):967–78. 9.89
11. Carvalho SM, Oliveira AAR, Lemos 9.90
EMF, Pereira MM. Bioactive Glass 9.91
Nanoparticles for Periodontal 9.92
Regeneration and Applications in 9.93
Dentistry. Nanobiomaterials in 9.94
Clinical Dentistry. 2013 Jan 1;299– 9.95
322. 9.96
12. Nandi SK, Mahato A, Kundu 9.97
B, Prasenjit Mukherjee. Doped 9.98
Bioactive Glass Materials in Bone 9.99
Regeneration. Advanced Techniques 9.100
in Bone Regeneration [Internet]. 9.101
2016 Aug 31 [cited 2023 Jul 18]; 9.102

- [Internet]. 2006 [cited 2025 Aug 26];27(15):2907–15. Available from: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/16448693/>
24. Zarubica A. Modified nanostructured titania based thin films in photocatalysis: Kinetic and mechanistic approach. Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis [Internet]. 2015 Jun 1 [cited 2025 May 3];115(1):159–74. Available from: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11144-014-0830-z>
25. Hsiao VKS, Lin YC, Wu HC, Wu TI. Surface Morphology and Human MG-63 Osteoblastic Cell Line Response of 316L Stainless Steel after Various Surface Treatments. Metals 2023, Vol 13, Page 1739 [Internet]. 2023 Oct 13 [cited 2025 Aug 28];13(10):1739. Available from: <https://www.mdpi.com/2075-4701/13/10/1739/htm>
26. Skallevoid HE, Rokaya D, Khurshid Z, Zafar MS. Bioactive Glass Applications in Dentistry. Int J Mol Sci [Internet]. 2019 Dec 1 [cited 2025 Jun 9];20(23):5960. Available from: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC6928922/>
27. Wen C, Bai N, Luo L, Ye J, Zhan X, Zhang Y, et al. Structural behavior and in vitro bioactivity evaluation of hydroxyapatite-like bioactive glass based on the SiO₂-CaO-P₂O₅ system. Ceram Int. 2021 Jul 1;47(13):18094–104.
28. Taghian Dehaghani M, Ahmadian M, Fathi M. Synthesis, Characterization, and Bioactivity Evaluation of Amorphous and Crystallized 58S Bioglass Nanopowders. Int J Appl Ceram Technol [Internet]. 2015 Jul 1 [cited 2025 Jun 9];12(4):867–74. Available from: <https://www.researchgate.net/publication/27511144-014-0830-z>
- Extensive Study of the Preparation and Coating Methods. Coatings 2021, Vol 11, Page 1386 [Internet]. 2021 Nov 13 [cited 2025 Aug 28];11(11):1386. Available from: <https://www.mdpi.com/2079-6412/11/11/1386/htm>
19. Guglielmi M, Colombo P, Peron F, Mancinelli Degli Esposti L. Dependence of thickness on the withdrawal speed for SiO₂ and TiO₂ coatings obtained by the dipping method. J Mater Sci [Internet]. 1992 Sep [cited 2025 Aug 27];27(18):5052–6. Available from: <https://link.springer.com/article/10.1007/BF01105273>
20. Niazmand M, Maghsoudipour A, Alizadeh M, Khakpour Z, Kariminejad A. Effect of dip coating parameters on microstructure and thickness of 8YSZ electrolyte coated on NiO-YSZ by sol-gel process for SOFCs applications. Ceram Int. 2022 Jun 1;48(11):16091–8.
21. Maeng WY, Yoon JH, Kim DJ. Effect of process conditions (withdrawal rate and coating repetition) on morphological characteristics of sol-gel TiO₂ film during dip coating. J Coat Technol Res [Internet]. 2020 Sep 1 [cited 2025 Aug 27];17(5):1171–93. Available from: https://www.researchgate.net/publication/340423683_Effect_of_process_conditions_withdrawal_rate_and_coating_repetition_on_morphological_characteristics_of_sol-gel_TiO2_film_during_dip_coating
22. Mortazavi S, Rahsepar M, Hosseinzadeh S. Modification of mesoporous structure of silver-doped bioactive glass with antibacterial properties for bone tissue applications. Ceram Int. 2022 Mar 15;48(6):8276–85.
23. Kokubo T, Takadama H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? Biomaterials

34. ASTM D3359-B. Available from: <http://www.ansi.org>. 11-3 11-4
35. Golan G, Axelevitch A, Golan G, Rabinovich E, Axelevitch A, Seidman A, et al. Thin films indentation size effects in microhardness measurements [Internet]. Vol. 2, Article in Journal of Optoelectronics and Advanced Materials. 2000. Available from: <https://www.researchgate.net/publication/237550844> 11-5 11-6 11-7 11-8 11-9 11-10 11-11 11-12 11-13 11-14
36. rs MA metalurgija. org., 2010 undefined. Sol gel Bioactive Glass Coating for Improvement of Biocompatible Human Body Implant. academia.eduMM Atabakimetalurgija org rs, 2010•academia.edu [Internet]. [cited 2025 Sep 15]; Available from: https://www.academia.edu/download/86836523/1_Atabaki_MJoM_1603.pdf 11-15 11-16 11-17 11-18 11-19 11-20 11-21 11-22 11-23 11-24 11-25
37. Monsalve M, Lopez E, Ageorges H, Vargas F. Bioactivity and mechanical properties of bioactive glass coatings fabricated by flame spraying. Surf Coat Technol. 2015 Apr 25;268:142–6. 11-26 11-27 11-28 11-29 11-30 11-31
38. Köseoglu NC, Büyükaksoy A, Oral AY, Aslan MH. Hydroxyapatite/Bioactive Glass Films Produced by a Sol–Gel Method: In Vitro Behavior. Adv Eng Mater [Internet]. 2009 Nov 1 [cited 2025 May 26];11(11):B194–9. Available from: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/adem.200900034> 11-32 11-33 11-34 11-35 11-36 11-37 11-38 11-39 11-40 11-41
39. Islam MT, Felfel RM, Abou Neel EA, Grant DM, Ahmed I, Hossain KMZ. Bioactive calcium phosphate-based glasses and ceramics and their biomedical applications: A review. J Tissue Eng [Internet]. 2017 Jan 1 [cited 2025 Aug 26];8. Available from: <https://journals.sagepub.com/doi/10.1177/2041731417719170> 11-42 11-43 11-44 11-45 11-46 11-47 11-48 11-49 11-50 11-51
- ation/265016772_Synthesis_Charact erization_and_Bioactivity_Evaluatio n_of_Amorphous_and_Crystallized _58S_Bioglass_Nanopowders 11-52 11-53 11-54 11-55 11-56 11-57 11-58
29. Araki F, Lin MZ, Shih SJ, Ishimaru M. Heterogeneous amorphous structure and bioactivity in silver-doped bioactive glasses synthesized by spray drying methods. Advanced Powder Technology. 2025 Nov 1;36(11):105054. 11-59 11-60 11-61 11-62 11-63 11-64 11-65 11-66
30. Kaou MH, Furkó M, Balázs K, Balázs C. Advanced Bioactive Glasses: The Newest Achievements and Breakthroughs in the Area. Nanomaterials [Internet]. 2023 Aug 1 [cited 2025 Sep 15];13(16):2287. Available from: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC10459405/> 11-67 11-68 11-69 11-70 11-71 11-72 11-73 11-74 11-75
31. Nawaz MH, Aizaz A, Ropari AQ, Shafique H, Imran O bin, Minhas BZ, et al. A study on the effect of bioactive glass and hydroxyapatite-loaded Xanthan dialdehyde-based composite coatings for potential orthopedic applications. Sci Rep [Internet]. 2023 Dec 1 [cited 2025 Sep 15];13(1):17842. Available from: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC10587085/> 11-76 11-77 11-78 11-79 11-80 11-81 11-82 11-83 11-84 11-85 11-86 11-87
32. Singh PP, Dixit K, Sinha N. A sol-gel based bioactive glass coating on laser textured 316L stainless steel substrate for enhanced biocompatibility and anti-corrosion properties. Ceram Int. 2022 Jul 1;48(13):18704–15. 11-88 11-89 11-90 11-91 11-92 11-93 11-94
33. Rehman MAU, Munawar MA, Schubert DW, Boccaccini AR. Electrophoretic deposition of chitosan/gelatin/bioactive glass composite coatings on 316L stainless steel: A design of experiment study. Surf Coat Technol. 2019 Jan 25;358:976–86. 11-95 11-96 11-97 11-98 11-99 11-100 11-101 11-102

- conditions. *Ceram Int.* 2022 Dec 15;48(24):37150–63. ۱۲.۲ ۱۲.۳ ۱۲.۴
40. Sharifianjazi F, Parvin N, Tahriri M. Formation of apatite nano-needles on novel gel derived SiO₂-P₂O₅-CaO-SrO-Ag₂O bioactive glasses. *Ceram Int* [Internet]. 2017 Dec 1 [cited 2025 Aug 26];43(17):15214–20. Available from: [https://www.researchgate.net/publication/319039582_Formation_of_apatite_nano-needles_on_novel_gel_derived_SiO₂-P₂O₅-CaO-SrO-Ag₂O_bioactive_glasses](https://www.researchgate.net/publication/319039582_Formation_of_apatite_nano-needles_on_novel_gel_derived_SiO2_P2O5_CaO-SrO-Ag2O_bioactive_glasses) ۱۱۵۲ ۱۱۵۳ ۱۱۵۴ ۱۱۵۵ ۱۱۵۶ ۱۱۵۷ ۱۱۵۸ ۱۱۵۹ ۱۱۶۰ ۱۱۶۱ ۱۱۶۲ ۱۱۶۳ ۱۱۶۴ ۱۱۶۵
41. Blanchet V, Jallot E, Michel J, Wortham L, Laurent-Maquin D, Balossier G. X-ray microanalysis in STEM of short-term physico-chemical reactions at bioactive glass particles / biological fluids interface. Determination of O/Si atomic ratios. 2004 Dec 22 [cited 2025 Aug 26]; Available from: <https://arxiv.org/abs/physics/0412146v1> ۱۱۶۶ ۱۱۶۷ ۱۱۶۸ ۱۱۶۹ ۱۱۷۰ ۱۱۷۱ ۱۱۷۲ ۱۱۷۳ ۱۱۷۴ ۱۱۷۵ ۱۱۷۶
42. Logavi A, Dua M, Shah K. Evaluating potential of Sr-doped bioactive borosilicate glasses in improving bioactivity and corrosion resistance of SS-316L implants. *J Solgel Sci Technol* [Internet]. 2025 Jun 20 [cited 2025 Sep 15];1–12. Available from: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10971-025-06835-0> ۱۱۷۷ ۱۱۷۸ ۱۱۷۹ ۱۱۸۰ ۱۱۸۱ ۱۱۸۲ ۱۱۸۳ ۱۱۸۴ ۱۱۸۵ ۱۱۸۶
43. Zanca C, Milazzo A, Campora S, Capuana E, Pavia FC, Patella B, et al. Galvanic Deposition of Calcium Phosphate/Bioglass Composite Coating on AISI 316L. *Coatings* [Internet]. 2023 Jun 1 [cited 2025 Aug 27];13(6):1006. Available from: <https://www.mdpi.com/2079-6412/13/6/1006/htm> ۱۱۸۷ ۱۱۸۸ ۱۱۸۹ ۱۱۹۰ ۱۱۹۱ ۱۱۹۲ ۱۱۹۳ ۱۱۹۴ ۱۱۹۵
44. Gąsiorek J, Gąsiorek A, Babiarczuk B, Jones W, Simka W, Detyna J, et al. Anticorrosion properties of silica-based sol-gel coatings on steel – The influence of hydrolysis and condensation ۱۱۹۶ ۱۱۹۷ ۱۱۹۸ ۱۱۹۹ ۱۲۰۰ ۱۲۰۱