

مقاله پژوهشی

تولید نانوذرات فلئورآپاتیت و شیشه زیست فعال 45S5 به روش سل-ژل

صاحبعلی منافی^۱، فاطمه میرجلیلی^{۲*} و ریحانه رشادی^۳

۱- گروه مهندسی مواد، واحد شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی، شاهرود، ایران

۲- گروه مهندسی مواد، واحد میبد، دانشگاه آزاد اسلامی، میبد، ایران

۳- گروه مهندسی بیومواد، واحد یزد، دانشگاه آزاد اسلامی، یزد، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۹/۰۶/۲۲، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۹/۰۸/۲۷، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۹/۱۰/۲۵

چکیده

این پژوهش به منظور بررسی خواص کامپوزیت سرامیکی با فاز اولیه شیشه زیست فعال انجام شد. بدین منظور فاز اولیه شیشه زیست فعال 45S5 و فاز دوم فلئورآپاتیت در نظر گرفته شد. هر دو سرامیک ها به روش سل-ژل به منظور ارزیابی خواص فازهای اولیه سنتز شدند. از آنالیزهای XRD و FTIR جهت مشخصه یابی و ارزیابی نانوذرات استفاده شدند. الگوی پراش اشعه ایکس شیشه زیست فعال نشان دهنده پیکی پهن کوتاه و بی شکل است که بیانگر ساختار آمورف نانوپودر سنتز شده است. اگرچه درجه بالای آمورف از روی این الگو قابل تشخیص است ولی قله هایی متعلق به فازهای کریستالی حضور فازهای کریستالی و لاستونیت (CaSiO₃) را تایید نمود. نتایج بدست آمده از آنالیزهای XRD و FTIR نشان دهنده سنتز موفقیت آمیز نانوذرات با خلوص فازی بالا است. آنالیز حرارتی شیشه زیست فعال بوسیله STA صورت گرفت. نتایج یک منطقه کاهش جرم در دمای حدود ۶۲۵-۶۲۰ °C را نشان داد که مربوط به خروج نیترات ها از سیستم می باشد. الگوی پراش فلئورآپاتیت مربوط به ساختار فلئورآپاتیت با ساختار بلوری هگزاگونال است. نتایج XRF از نمونه شیشه زیست فعال خالص تهیه شده در مقایسه با نمونه استاندارد آن نشان داد که نانوپودر سنتز شده به شیشه استاندارد بسیار نزدیک است.

واژه های کلیدی: فلئورآپاتیت، شیشه زیست فعال 45S5، سل-ژل، STA.

۱- مقدمه

موسسه ملی سلامت آمریکا، هر ماده یا ترکیبی از مواد به غیر از دارو که به صورت طبیعی یا مصنوعی برای هر بازه زمانی می تواند جایگزین یا عامل افزایش هر بافت، ارگان یا عملکردی از بدن بطور کامل یا جزئی، به منظور بهبود کیفیت زندگی هر فرد شود، بیومواد گفته می شود [۲]. کامپوزیت ها مواد مرکبی هستند که شامل دو یا چند فاز تشکیل دهنده

نقص و اختلال عملکردی استخوان، شایع ترین علل دردهای طولانی مدت جدی و ناتوانی های جسمی هستند که برای غلبه بر این مشکلات بیومواد مصنوعی جایگزین استخوان، بطور گسترده مورد استفاده قرار می گیرند [۱]. بر طبق تعریف

* عهده دار مکاتبات: فاطمه میرجلیلی

نشانی: گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد میبد، میبد، ایران

تلفن: ۰۳۵-۳۲۳۷۰۱۶۱، دورنگار: ۰۳۵-۳۲۳۷۰۹۶۹، پست الکترونیکی: fm.mirjalili@gmail.com

هیدروکسی آپاتیت خواص بیولوژیکی مشابه یا بهتری از خود نشان می‌دهد. جانشینی یون فلوراید در هیدروکسی آپاتیت منجر به افزایش کریستالیت و کاهش انحلال پذیری، رسوب بهتر و جذب پروتئین بیشتر آن می‌شود. همچنین فلوئور آپاتیت (FA) پایداری حرارتی بهتری نسبت به هیدروکسی آپاتیت داراست [۲۰-۲۲].

طاهریان و همکاران اثر اندازه ذرات را بر تمایز سلول‌های بنیادی بررسی کردند و به این نتیجه رسیدند که هر قدر اندازه ذرات شیشه زیست فعال کوچکتر باشد، میزان تمایز سلولی افزایش می‌یابد [۲۰]. همچنین در بررسی‌هایی تاثیر فرآیندهای مختلف در سنتز به روش سل-ژل (Sol-gel) بر روی سرامیک شیشه زیست فعال و هیدروکسی آپاتیت (HAp) نشان داد مورفولوژی، کریستالیت، سایز کریستال‌ها و سطح ویژه به شدت تابع مسیر طی شده در طول فرآیند سنتز است [۲۳-۲۷]. در گذشته تحقیقات گسترده‌ای در زمینه هیدروکسی آپاتیت انجام شده ولی کمتر به مطالعه در زمینه فلوئور آپاتیت پرداخته شده است.

منافی و همکاران (۲۰۱۹) نانو کامپوزیت شیشه زیست فعال S53P4-فلور آپاتیت را از نظر مورفولوژی و ریزساختاری تهیه نمودند. نتایج نشان داد که اندازه ذرات و درصد کریستالیت نانو کامپوزیت زیست فعال S53P4-فلور آپاتیت حدود ۳۰-۲۰ و ۷۰-۹۰ درصد بوده است [۲۸،۲۹].

علاوه بر این، میرجلیلی و همکاران (۲۰۲۰) تخمین بررسی مورفولوژی، تخریب و سازگاری زیستی نانو کامپوزیت فلور آپاتیت-فورستریت را که با تعریف درصد تغییر وزن، تغییرات pH، انتشار یون و از نظر فعالیت زیستی گزارش دادند و مهمترین ویژگی در مورد یافته‌های نانو کامپوزیت فلور آپاتیت-فورستریت نشان داد که با افزودن فلوئور آپاتیت و تجزیه فلوراید با افزودن درصد آپاتیت، تخریب پذیری بهبود می‌یابد [۳۰].

در بررسی پیشرفت‌های اخیر بوسیله لیانگ و همکارانش (۲۰۲۱) آخرین وضعیت مواد زیستی کامپوزیت مبتنی بر شیشه زیست فعال در نظر گرفته شده برای بازسازی استخوان

متمایز، در مقیاس بزرگتر از اتمی هستند. اصطلاح بیوکامپوزیت اشاره به موادی دارد که در مهندسی زیستی بکار گرفته می‌شود [۳-۵]. شیشه‌های زیست فعال از جمله بیومواد سخت و غیرمتخلخلی هستند که معمولاً از ترکیب اکسید سدیم، اکسید کلسیم، دی‌اکسید سیلیسیم و اکسید دی فسفر تشکیل شده‌اند. شیشه زیست فعال توانایی برجسته‌ای در اتصال به بافت سخت و نرم را داراست [۶-۹]. شیشه زیست فعال تشکیل لایه هیدروکسی آپاتیت را در هنگام تماس با مایع فیزیولوژیک بدن تسهیل می‌کند. در هنگام تماس شیشه زیست فعال با استخوان یک لایه آپاتیت شبه استخوان با خواص چسبندگی مناسب در سطح شکل می‌گیرد [۱۰، ۱۱]. کوکوبو و همکارانش تأیید کرده‌اند که این فرآیند می‌تواند در محیط SBF شبیه‌سازی شود بر این اساس زیست‌فعالی ماده بر اساس توانایی ایجاد لایه آپاتیتی شبه استخوانی در هنگام پیوند با استخوان تعریف می‌شود و توانایی تشکیل این لایه آپاتیتی قابل اعتمادترین نشانه برای زیست‌فعالی آن است [۱۲]. استفاده اولیه از سرامیک‌های کلسیم فسفات محدود به کاربردهای تحت بار کم در زمینه نواقص استخوان، مهندسی بافت استخوان، رهایش دارو و همچنین به عنوان پوشش در ایمپلنت فلزی به منظور افزایش روند ادغام استخوانی می‌باشد [۱۳]. هیدروکسی آپاتیت فاز اصلی غیر معدنی بدن انسان است و بطور گسترده‌ای برای جایگزینی استخوان و یا به عنوان ماده ترمیمی استخوان و یا دندان استفاده شده است. اگرچه هیدروکسی آپاتیت زیست فعال است ولی تردی ذاتی و چقرمگی پایین آن استفاده از آن را در شرایط تحت بار محدود می‌کند به علاوه مقاومت در برابر خوردگی ضعیف و پایداری شیمیایی پایین در دماهای بالا کاربرد هیدروکسی آپاتیت را محدود کرده است [۱۴-۱۶]. استخوان انسان شامل حدود ۱٪ وزنی فلوئور است که به عنوان عاملی مؤثر برای مهار پوسیدگی شناخته شده است. تحقیقات نشان داده است که مقدار کمی از فلوئور می‌تواند روند تشکیل استخوان را افزایش دهد [۱۷-۱۹]. تحقیقات نشان داد فلوئور آپاتیت در مقایسه با

به استخوان و سازگاری زیستی مناسب برای استفاده در دندانپزشکی و ارتوپدی به عنوان سازنده استخوان است.

۲- فعالیت‌های تجربی

به منظور سنتز شیشه زیست‌فعال 45S5 از پیش ماده‌های نیتریک اسید، TEOS (تترا اتیل اورتوسیلیکات، مرک)، کلسیم نترات چهار آب (مرک، $(\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$)، سدیم نترات (مرک، NaNO_3) دی آمونیوم هیدروژن فسفات (مرک، $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) استفاده شد.

در ابتدا ۱۴/۵۴ g از پیش ماده TEOS (تترا اتیل اورتوسیلیکات) به ۱۰۰ ml محلول اسیدی یک مولار نیتریک اسید اضافه گردید. این محلول در دمای محیط در مدت زمان یک ساعت به قدری همزده شد تا محلولی شفاف بدست آید. در ادامه سه محلول با پیش ماده‌های مختلف در ۱۰۰ میلی‌لیتر آب دیونیزه تهیه شده‌اند این سه محلول عبارتند از:

- ۸/۹۷ گرم کلسیم نترات چهار آب $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ در ۱۰۰ ml آب دیونیزه

- ۱/۲۳ گرم سدیم نترات NaNO_3 در ۱۰۰ ml آب دیونیزه

- ۱/۲۳ گرم دی آمونیوم هیدروژن فسفات در ۱۰۰ ml آب دیونیزه

بعد از آن این سه محلول به ترتیب و به صورت قطره‌قطره روی محلول اول ریخته و هم زده شدند تا سل اولیه حاصل گردد. سل بدست آمده برای مدت زمان ۱۴ روز در دمای محیط نگهداری شد تا به ژل تبدیل گردد. بعد از گذشت این مدت زمان، ژل بدست آمده با کمک خشک کن انجمادی در دمای 51°C - و فشار ۰/۵ تور به مدت ۲ روز خشک شد. در ادامه بر روی ژل خشک شده در دمای 620°C به مدت ۱/۵ h با سرعت گرمادهی $10^\circ\text{C}/\text{min}$ عملیات حرارتی انجام شد و پودر سفید رنگ شیشه زیست‌فعال حاصل گردید. در مرحله نهایی به منظور کاهش اندازه ذرات پودر بدست آمده این پودر به مدت ۶ h در دستگاه آسیاب گلوله‌ای با کاپ زیر کونیا با سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه آسیاب شد [۲۸، ۲۹].

ارائه شده است. مواد کامپوزیتی شامل دو ماده (یا بیشتر) در مقیاس نانومتر هستند که بطور معمول، یک ماده سازنده آلی است و به عنوان فاز ماتریس عمل می‌کند و ماده دیگر غیر آلی است و مانند فاز تقویت کننده رفتار می‌کند. امکانات اضافی شامل رهاسازی کنترل شده داروهای ضدپوکی استخوان، یون‌ها، آنتی‌بیوتیک‌ها، مواد ضد رنگ‌زایی و مواد استئوژنیک مورد ارزیابی قرار گرفت. ارزیابی‌های بافت‌شناسی و مورفولوژیک تشکیل استخوان جدید به همراه رنگ‌زایی و علائم بازسازی را با گذشت زمان نشان داد که امکان تنظیم خواص مکانیکی و شیمیایی از طریق انتخاب دقیق اجزای جداگانه و همچنین هندسه کلی (از ذرات مزوپور و میکرو/نانوکره تا داربست‌ها و پوشش‌های سه بعدی) از طریق فرآیندهای تولید نوآورانه، مسیرهای جدید مهیجی را برای ترمیم و بازسازی استخوان را نشان داد [۳۱].

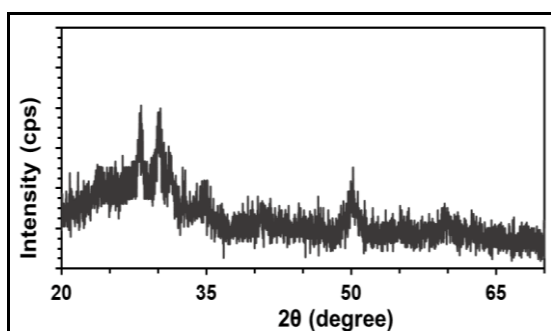
هدف از این پژوهش سنتز نانوذرات شیشه بیواکتیو 45S5 و فلئور آپاتیت با استفاده از فرآیند سل-ژل و توصیف خصوصیات پودر است که به دلیل زیست‌سازگاری و خواص زیست‌فعال بودن می‌تواند به عنوان بیوسرامیک مناسب در نقص استخوان‌های ارتوپدی و فک و صورت استفاده شود. از آنجائیکه در این تحقیق از فلئور آپاتیت استفاده شده است باعث افزایش تشکیل بافت استخوانی نسبت به آپاتیت خواهد شد. مطالعات مکرر بدست آمده که فسفات کلسیم و نتایج آن مانند هیدروکسی آپاتیت به دلیل شباهت آن‌ها به ساختار شیمیایی استخوان طبیعی، دندان و مینای دندان، می‌توانند موقعیت ترجیحی برای بازسازی بافت استخوان داشته باشند که با جایگزینی یون‌های فلئور در مکان‌های OH در ساختار هیدروکسی آپاتیت و تشکیل فلئور آپاتیت مقاومت به تجزیه بیولوژیکی را افزایش می‌دهد.

نوآوری این تحقیق تهیه و ارزیابی شیشه زیست‌فعال 45S5 و فلئور آپاتیت با خلوص بالا به همراه بررسی خصوصیات ریزساختاری آن‌ها است. هدف این تحقیق توسعه، تهیه و ارزیابی شیشه زیست‌فعال و فلئور آپاتیت با خواص نزدیک

خشک شده نمونه شیشه زیست فعال 45S5 سنتز شده انجام شد. سرعت گرم کردن نمونه در این آزمون ۱۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه در نظر گرفته شده است. ژل نمونه شیشه 45S5 (قبل از رسیدن به کلسیناسیون) که از دمای اتاق تا حداکثر دمای آزمونی معادل 1000°C در پوتته‌ای از جنس آلومینا در دستگاه آنالیز حرارتی گرمادهی شده و داده‌های مربوط به تغییر وزن ماده (TGA) و نیز تغییرات دمایی آن (DTA) با افزایش حرارت ثبت شد.

۳- نتایج و بحث

الگوی پراش پرتو X پودر شیشه زیست فعال 45S5 سنتز شده در شکل ۱ نشان داده شده است. با استفاده از نرم افزار X'Pert HighScore Plus بر اساس الگوی پراش پرتو X مربوط، نشان دهنده پیکی پهن کوتاه و بی شکل است که بیانگر ساختار آمورف نانوپودر سنتز شده است. اگرچه درجه بالای آمورف از روی این الگو قابل تشخیص است ولی قله‌هایی متعلق به فازهای کریستالی در زوایای 32° ، 35° ، 58° و 70° درجه قابل رویت هستند که با پیک‌های مربوط به اثرات فازهای کریستالی کلسیم سیلیکات CaTiO_3 یا ولستونیت با کد JCPDS 42-0547 همخوانی دارند.



شکل ۱: الگوی پراش پرتو ایکس نانوپودر سنتز شده شیشه زیست فعال 45S5

با هدف تایید وجود عناصر مربوط به شیشه زیست فعال 45S5 در نمونه تهیه شده، نتایج آنالیز شیمیایی از نمونه شیشه زیست فعال خالص تهیه شده در جدول ۱ در مقایسه با

برای بدست آوردن نانوذرات فلئورآپاتیت از پیش ماده‌های، کلسیم نیترات چهار آبه $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ، پیش ماده P_2O_5 و NH_4F استفاده گردید. در ابتدا سه محلول از پیش ماده‌های مختلف هر سه در محلولی از اتانول آب با نسبت (۲۵-۷۵٪) به شرح زیر تهیه شد:

- پیش ماده کلسیم نیترات چهار آبه به مقدار $11/82\text{ g}$ در 30 ml از محلول اتانول-آب حل می‌گردد.

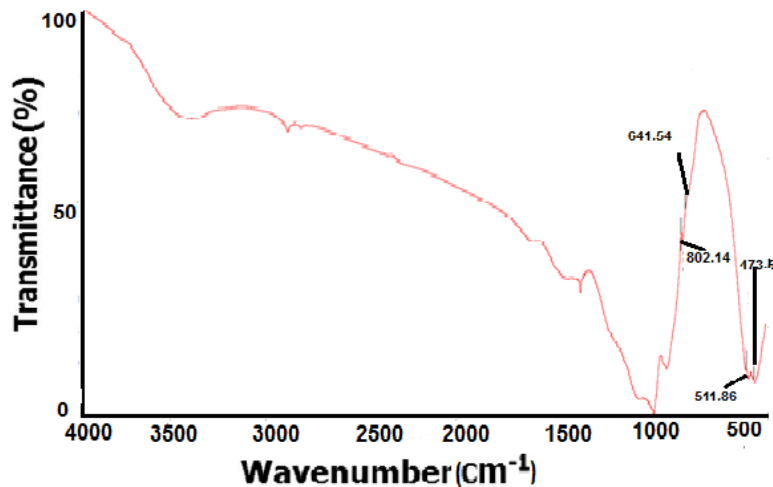
- پیش ماده دی فسفر پنتا اکسید P_2O_5 به مقدار $2/13\text{ g}$ در 30 ml از محلول اتانول-آب حل می‌گردد.

- پیش ماده آمونیوم فلورید NH_4F به مقدار $0/56\text{ g}$ در 30 ml از محلول اتانول-آب حل می‌گردد.

این سه محلول بدست آمده به ترتیب با اعمال دمای 30°C در حین همزدن باهم ترکیب شدند. پس از ترکیب کامل برای مدت زمان یک روز کامل در همین دما هم زدن ادامه داده شد تا سل آن حاصل گردد. سپس برای مدت زمان دو هفته در دمای محیط نگهداری شدند تا به ژلی یکنواخت و شفاف تبدیل شدند.

ژل شفاف بدست آمده برای مدت زمان ۴۸ ساعت در دمای 51°C و فشار $0/5$ تور با استفاده از خشک کن انجمادی خشک شد. ژل خشک شده بدست آمده از خشک کن، برای مدت ۱ h و در دمای 620°C عملیات حرارتی شد و در نتیجه پودر فلئورآپاتیت به رنگ سفید حاصل شد [۱۴،۲۶،۲۷].

در این تحقیق برای بررسی تبلور و ساختار بلوری نانوذرات سنتز شده از تکنیک پراش پرتو ایکس (XRD) استفاده شد. دستگاه XRD مورد استفاده مدل Siemens D-500 با تابش $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.5406\text{ \AA}$) می‌باشد. جهت بررسی گروه‌های عاملی، از طیف سنج مادون قرمز تبدیل فوریه (FTIR) مدل Perkin Elmer Spectrum RXI و در محدوده عدد موجی $4000-400\text{ cm}^{-1}$ استفاده شد. برای مطالعه و ارزیابی رفتار حرارتی پودر شیشه 45S5 و تخمین دمای مربوط به کلسیناسیون و همچنین تبلور نانوذرات سنتز شده شیشه 45S5 آنالیز گرمایی همزمان (STA, PL-STA 1600) بر روی ژل



شکل ۲: طیف نگاری فروسرخ نانوذره شیشه زیست فعال.

جدول ۱: آنالیز شیمیایی نمونه شیشه زیست فعال سنتز شده و مقایسه آن با نمونه استاندارد بر مبنای نتایج آنالیز XRF.

نوع ماده	SiO ₂ (wt.)	CaO (wt.)	Na ₂ O (wt.)	P ₂ O ₅ (wt.)
شیشه استاندارد 45S5	۴۵/۰	۲۴/۵	۲۴/۵	۶/۰
شیشه 45S5 سنتزی	۴۶/۶۱	۲۴/۱۶	۲۲/۶۲	۶/۵۱

وجود تیزی در پیوندها می توان انجام واکنش سنتز شیشه را تایید کرد. شکل ۳ بیانگر نتایج آنالیز حرارتی هم زمان بر روی شیشه 45S5 است. با توجه به نمودار یک منطقه کاهش جرم در دمای حدود $625-620^{\circ}\text{C}$ قابل مشاهده است. این منطقه کاهش جرم که از دمای حدود 500°C شروع شده و در نقطه حدودی 625°C پایان می یابد مربوط به خروج نیترات ها از سیستم می باشد. از این نقطه به بعد تغییرات وزن به مقدار حدودا ثابتی می رسد که می توان آن را به اتمام انجام واکنش های حذفی نسبت داد. از روی نمودار می توان نشان داد بهترین نقطه برای تعیین دمای پایدارسازی حرارت دهی به کامپوزیت این بازه است [۳۴، ۳]. با توجه به این تفاسیر می توان نتیجه گرفت در دماهای بالاتر از این در ساختار شیشه کریستال ایجاد خواهد شد.

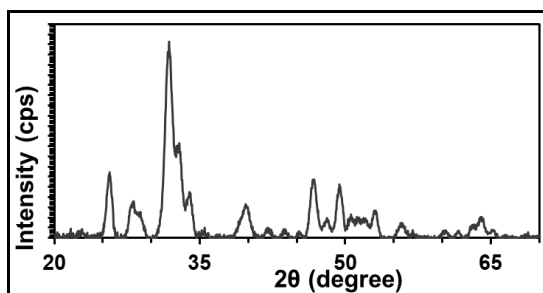
از آنجائیکه ایجاد کریستالیت خاصیت زیست فعالی را کاهش می دهد، مطلوب نیست. به علاوه در منحنی DTA پیک گرمادهی در محدوده بین $145-185^{\circ}\text{C}$ به سمت پایین دیده می شود که نشان دهنده یک واکنش گرماگیر است در اینجا

استاندارد آن قابل مشاهده است. بر اساس این نتایج می توان فهمید که نانوپودر سنتز شده در اینجا به شیشه 45S5 استاندارد بسیار نزدیک است به علاوه تفاوت درصد وزنی ها را می توان به وجود ناخالصی های بیان شده در قبل نسبت داد. در شکل ۲ آنالیز طیف نگاری فروسرخ شیشه زیست فعال 45S5 نشان داده شده است. پیک موجود در 841 cm^{-1} ارتعاشات کششی پیوند Si-O است. پیک ریز موجود در 510 cm^{-1} مربوط به ارتعاش خمشی پیوند P-O است. پیک کوچک موجود در 473 cm^{-1} مربوط به ارتعاشات خمشی و پیک شاخص موجود در 1000 cm^{-1} و پیک کوچک موجود در 1083 cm^{-1} مربوط به ارتعاشات کششی نامتقارن گروه Si-O-Si است. یک باند کوچک در 862 cm^{-1} به همراه باند نسبتا پهن با مرکزیت 1440 cm^{-1} به ترتیب متعلق به ارتعاشات گروه دوم و سوم کربنات CO_3^{2-} نشات گرفته از دی اکسید کربن موجود در هوا و جذب شده طی فرآیند سنتز مربوط می شود [۳۳-۳۱]. پیک مربوط به گروه OH در این الگو مشاهده نشد. از روی ماهیت پیوندهای مشاهده شده و عدم

شد که اندازه کریستال‌های فلئورآپاتیت حدود ۲۶ nm برآورد شده است.

$$L=0.89\lambda/\beta\cos\theta \quad (1)$$

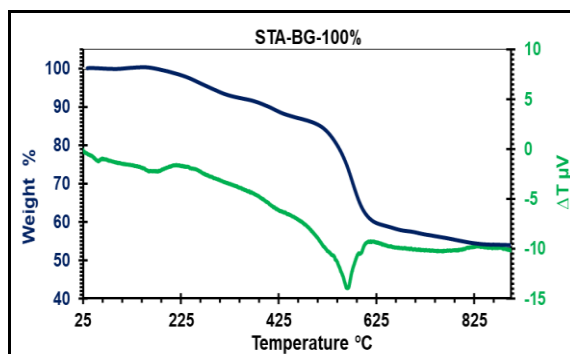
در این رابطه L اندازه بلورک کریستال و λ طول موج اشعه ایکس و β پهنای پیشینه پیک در نصف ارتفاع و θ زاویه بر حسب درجه است [۲۸،۲۹]. همچنین نانوفلئورآپاتیت بوسیله میرجیلی و همکاران از روش سل-ژل تهیه گردید و نتایج XRD فاز فلئورآپاتیت با JCPDS No.00-003-0736 نشان داد که مشابه نتایج این پژوهش می‌باشد [۳۰].



شکل ۴: الگوی پراش پرتو ایکس نانوذره فلئورآپاتیت.

در شکل ۵ طیف سنجی FTIR نانوذرات فلوئورآپاتیت سنتز شده قابل مشاهده است. طیف مربوط به FTIR مربوط دارای تمام ارتعاشات ν_4 تا ν_1 مربوط به گروه فسفات در ساختار آپاتیت است این پیک‌ها به شرح زیر هستند پیک موجود در 467 cm^{-1} متعلق به ارتعاشات ν_1 و پیک در 1056 cm^{-1} که شدیدترین پیک در ساختار است متعلق به ارتعاشات ν_3 که ارتعاشات کششی از گروه فسفات تتراهدرال PO_4^{3-} است. نهایتاً دو پیک تیز واقع در 567 cm^{-1} و 608 cm^{-1} متعلق به ارتعاشات ν_4 گروه است و پیک موجود در 741 cm^{-1} نمایانگر زنجیره هیدروکسیلی است که در این ساختار غنی از فلئور گشته است.

احتمالاً خروج رطوبت از ژل شیشه زیست فعال و نیز خروج مواد آلی در هنگام حرارت دهی رخ داده است. از روی نمودار DTA بعد از این دما چند واکنش گرماگیر و یک واکنش گرماده وجود دارد که مربوط به تجزیه نیترات‌های درون ماده است [۳۵]. این رفتار حرارتی مشابه رفتار حرارتی شیشه بیوگلاس S53P4 می‌باشد که توسط منافی و همکارانش مورد پژوهش قرار گرفت. نتایج نشان داد که شیشه بیوگلاس S53P4 دارای ۱٪ درصد وزنی کاهش وزن در محدوده $25-190^\circ\text{C}$ و ۳۷٪ درصد وزنی در محدوده $190-750^\circ\text{C}$ و ۲۰۰-۶۶۰ و ۲٪ درصد وزنی در محدوده $750-1000^\circ\text{C}$ می‌باشد [۲۸،۲۹].



شکل ۳: نمودار آنالیز حرارتی شیشه زیست فعال.

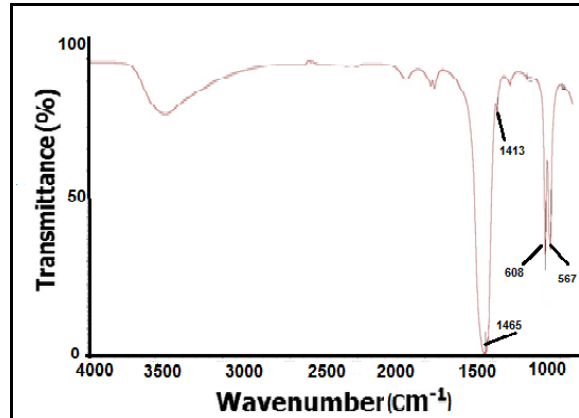
در شکل ۴ نمودار مربوط به آنالیز پراش پرتو ایکس نمونه فلئورآپاتیت مشاهده می‌شود از روی شکل و نیز با استفاده از نرم افزار X'Pert HighScore مشخص است که تمامی پیک‌های مشخص شده در الگوی پراش مربوط به ساختار فلئورآپاتیت (JCPDS No.00-003-0736) با ساختار بلوری هگزاگونال است. در تفسیر الگوی پراش می‌توان گفت که به دلیل داشتن قله‌های بلند و باریک در این الگو ساختار ماده سنتز شده کریستالی است. در نهایت در این الگو هیچ پیک پراشی متعلق به سایر فازها موجود نیست که نشانگر خلوص این پودر است. از روش دبای-شرر (Debye-Scherrer) نیز جهت تعیین اندازه بلورهای فلئور هیدروکسی آپاتیت استفاده

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق نانوذرات شیشه زیست فعال 45S5 از روش سل-ژل سنتز شدند. نتایج تکنیک XRD بر روی نانوذرات شیشه سنتز شده نشان دهنده آمورف بودن فاز سنتز شده بود. همچنین نتایج تکنیک FTIR بر روی نانوذرات شیشه سنتز شده مؤید خلوص عنصری بالا نمونه سنتز شده بود. نانوذرات فلئورآپاتیت خالص نیز با استفاده از روش سل-ژل سنتز شدند که نتایج XRD و FTIR مؤید دستیابی به فاز فلئورآپاتیت با خلوص بالا می باشد. بر اساس نتایج XRF می توان فهمید که نانوپودر سنتز شده شیشه زیست فعال 45S5 به شیشه استاندارد بسیار نزدیک است.

مراجع

- [1] D. Woolf, *Annals of the Rheumatic Diseases*, **59**, 2000, 81.
- [2] A. Sculean, *Journal of periodontology*, **73**, 2002, 401.
- [3] N. Montazeri, R. Jahandideh, E. Biazar, *International Journal of Nanomedicine*, **6**, 2011, 197.
- [4] B. Lowe, M.P. Ottensmeyer, C. Xu, Y. He, Q. Ye, M.J. Troulis, *Journal of Functional Biomaterials*, **10**, 2019, 16.
- [5] M.N. Rahaman, *Acta Biomaterialia*, **7**, 2011, 2355.
- [6] A. El-Ghannam, *Biomedical Materials*, **6**, 2016, 1.
- [7] M. Rizwan, M. Hamidi, W. Basirun, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, **105**, 2017, 3197.
- [8] G. Conoscent, *Journal of Materials Science*, **53**, 2018, 2362.
- [9] L. Sierra, D. Escobar, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, **58**, 2019, 85.
- [10] M. Plewiniski, *Dental Materials*, **29**, 2013, 1256.
- [11] T. KoKubo, K. Takadama, *Biomaterials*, **27**, 2006, 2907.
- [12] T.H. Qazi, *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, **105**, 2017, 2772.
- [13] A. Bandyopadhyay, *Annals of Biomedical Engineering*, **45**, 2017, 249.
- [14] H. Qu, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, **16**, 2005, 447.
- [15] J. Ratnayake, T. Mucalo, G. Dias, *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, **105**, 2017, 1285.
- [16] R. Ebrahimi-Kahrizsang, B. Nasiri-Tabrizi, B. *Particuology*, **9**, 2011, 537.
- [17] M. Elghazel, *Materials Letters*, **215**, 2018, 53.
- [18] H. Wang, *Powder Technology*, **209**, 2011, 9.
- [19] J. Ajita, S. Saravanan, *Materials Science and Engineering: C*, **53**, 2015, 142.
- [20] M. Taherian, *Journal of Advanced Ceramics*, **3**, 2014, 207.
- [21] C.J. Tredwin, *Dental Materials*, **29**, 2013, 521.
- [22] N. Shankhwar, G. Kothiyal, *RSC Advances*, **5**, 2015, 100762.
- [23] N. Montazeri, R. Jahandideh, *International Journal of Nanomedicine*, **6**, 2011, 197.
- [24] M. Kheradmandfard, M. Fathi, *Journal of Alloys and Compounds*, **504**, 2010, 141.
- [25] E. Landi, *Journal of the European Ceramic Society*, **20**, 2000, 2377.



شکل ۵: طیف تگاری فروسرخ نانوذره فلئورآپاتیت.

دو پیک پهن و کشیده با مرکزیت 1640 cm^{-1} و نیز 341 cm^{-1} متعلق به گروه O-H هستند. پیک متمرکز 873 cm^{-1} به همراه یک باندها دو لبه واقع در 1413 cm^{-1} و 1465 cm^{-1} به گروه های کربنات CO_3^{2-} ساختاری نسبت داده می شوند. حضور این گروه نمایانگر زیست فعال بودن فلئورآپاتیت سنتز شده است [۲۷]. از آنجائیکه پیکی مربوط به سایر ترکیبات که نمایانگر جایگزینی گروهی ناخواسته در ساختار باشد مشاهده نمی شود می توان عدم حضور ناخالصی در ماده را نتیجه گرفت، همچنانکه نتایج XRD نیز آن را تایید نمود. پیک مشاهده شده در 741 cm^{-1} مشخصه زنجیره هیدروکسیلی است که در ساختار آپاتیت غنی از فلئور شده و تاییدی بر جایگزین شدن کامل گروه های هیدروکسیل در ساختار آپاتیت با یون فلئور است. نتایج طیف سنجی تبدیل فوریه فروسرخ نیز جانشین شدن نسبی یون F^- با OH^- و تشکیل فلئور هیدروکسی آپاتیت را اثبات کرد. این نتایج با نتایج پژوهش راشا یونس و همکارانش که بر روی نانویوکامپوزیت های فلئور آپاتیت مبتنی بر آلومینا برای کاربردهای دندانپزشکی کار کرده اند هم خوانی کامل دارد. این پژوهشگران با هدف تهیه نانو کامپوزیت های حاوی درصد های مختلف آلومینا و فلور آپاتیت جهت استفاده در دندانپزشکی بررسی هایی انجام دادند و نتایج نشان داد که با افزایش تدریجی FA باعث افزایش قابل توجهی در فعالیت زیستی آزمایشگاهی نانو کامپوزیت ها می شود [۳۵].

- [31] W. Liang, X. Wu, Y. Dong, R. Shao, X. Chen, P. Zhou, F. Xu, *Biomaterials Science*, **2**, 2021, 1.
- [32] S. Seyedmajidi, *Journal of Laboratory Physicians*, **10**, 2018, 265.
- [33] D. Bellucci, R. Salvatori, J. Giannatiempo, *Materials*, **12**, 2019, 2079.
- [34] S. Seyedmajidi, S. Seyedmajidi, H. Alaghehmand, *Eurasian Journal of Analytical Chemistry*, **13**, 2018, 17.
- [35] R.A. Youness, M.A. Taha, M. Ibrahim, *Materials Chemistry and Physics*, **257**, 2021, 123264.
- [26] M. Mozafari, M. Moztarzadeh, M. Tahriri, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **356**, 2010, 1470.
- [27] E. Tamjid, *Materials Science and Engineering: C*, **31**, 2011, 1526.
- [28] S.A. Manafi, F. Mirjalili, M. Hajisafari, F. Orand, *Journal of Nanoanalysis*, **6**, 2019, 145.
- [29] S.A. Manafi, F. Mirjalili, R. Reshadi, *Progress in Biomaterials*, **8**, 2019, 77.
- [30] F. Mirjalili, S.A. Manafi, F. Lotfi, *Ceramics International*, **46**, 2020, 21256.