

فعال سازی سطح و بررسی کریستالوگرافیکی داربست آلومینایی نانوساختاری جهت کاربردهای مهندسی بافت استخوان

صدیقه جوقة دوست^{*}، علی اصغر بهنام قادر^۲، محمد ایمانی^۳، صاحبعلی منافی^۱ و فریبرز فروهنده^۱

- ۱- دانشکده فنی و مهندسی، واحد شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی، شاهرود، ایران
- ۲- گروه مواد زیستی، پژوهشگاه مواد و انرژی، تهران، ایران- کد پستی ۱۶۵۹-۱۳۱۴۵
- ۳- گروه سامانه‌های نوین دارورسانی، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران، تهران، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۴/۱۰/۰۱، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۴/۱۱/۲۸، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۴/۱۲/۰۶

چکیده

آلومینا نوعی بیوسرامیک خشی دارای خواص مکانیکی بهتری نسبت به کلسیم فسفات‌هایی مانند هیدروکسی آپاتیت است. آلومینای متخلخل را می‌توان با اصلاح سطح از حالت خشی به زیست فعال تبدیل نمود. در این تحقیق، با استفاده از اصلاح سطح داربست آلومینایی و تشکیل بنیان‌های هیدروکسیل، مواضع فعال روی سطوح جهت ایجاد بستری مناسب برای سیلانه نمودن داربست ایجاد شد. از نتایج XRD درجه کریستالی، پارامترهای شبکه، ثابت شبکه و نیز اندازه کریستالیت‌های داربست‌های آلومینایی خشی و دارای سطح فعال تعیین شد. نتایج نشان داد که شدت پیک‌ها بعد از اصلاح سطح کاهش یافته است که نشان از کاهش درجه بلورینگی و افزایش فاز آمورف دارد. همچنین، محاسبات تئوری نیز نشان داد که درجه کریستالی داربست از ۷۷ به ۶۶٪ کاهش یافت. ساختار کریستالی و پارامترهای شبکه داربست اولیه بسیار نزدیک به کوراندوم طبیعی است. ساختار شیمیایی داربست آلومینایی قبل و بعد از هیدراته شدن با استفاده از دستگاه FTIR مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج حاصل به وسیله نرم‌افزار OMNIC مربوط به دستگاه FTIR مورد ارزیابی نسبی قرار گرفت. تصاویر SEM از سطح داربست‌ها حاکی از آن است که تخلخل‌های این داربست‌ها به هم پیوسته و دارای اندازه‌های مناسبی جهت کاربردهای ترمیم بافت استخوان می‌باشند.

واژه‌های کلیدی: داربست آلومینایی، اصلاح سطح، پراش اشعه ایکس، مهندسی بافت.

۱- مقدمه

سلولی از طریق این نوع تخلخل‌ها ممکن می‌شود. در چند دهه اخیر، بیوسرامیک‌ها برای درمان استخوان‌های آسیب‌دیده مورد استفاده قرار گرفته‌اند [۵،۶]. آلومینا، نوعی بیوسرامیک با خواص مکانیکی بهتری نسبت به کلسیم فسفات‌هایی مانند هیدروکسی آپاتیت است که از چند دهه گذشته در کاشتنی‌ها، پروتزاها و داربست‌ها استفاده

داربست‌هایی بسیار متخلخل که دارای تخلخل‌های به هم پیوسته و باز هستند توجه زیادی را در سال‌های اخیر جهت ترمیم یا بازسازی بافت‌ها و اندام‌های آسیب‌دیده به خود جلب نموده‌اند [۴-۱]، به دلیل اینکه، اجازه تکثیر و رشد

* عهده‌دار مکاتبات: صدیقه جوقة دوست

نشانی: شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شاهرود، دانشکده فنی و مهندسی

تلفن: ۰۲۳-۳۲۳۹۴۲۸۳، دورنگار: ۰۲۳-۳۲۳۹۴۲۸۳، پست الکترونیکی: joughehdoust@gmail.com

سپس تغییر اندازه کریستالیت‌ها، پارامترهای شبکه و درصد کریستالی با استفاده از نتایج الگوی پراش پرتو پرتو ایکس (XRD) و به وسیله فرمول‌های شرر، نلسون-رایلی (NR) و نرم‌افزار Origin70 به صورت تئوری مورد ارزیابی قرار گرفت.

۲- فعالیت‌های تجربی

جهت انجام این آزمایش‌ها از داربست‌های آلومینایی با درصد تخلخل بسیار بالا استفاده شد. روش تهیه این داربست‌ها در مقاله قبلی گزارش شده است [۱۵].

به منظور تشکیل بنیان هیدروکسیل (OH) بر سطح داربست آلومینایی، نمونه‌ها با پراکسید هیدروژن و اسیدسولفوریک تیمار شدند. ابتدا، اسید سولفوریک در آب مقطر تا ۴۰٪ حجمی رقیق و سپس با آب اکسیژنه با نسبت‌های حجمی مختلف مخلوط شد. نسبت حجمی آب اکسیژنه به اسید سولفوریک در نمونه‌های مختلف در جدول ۱ نشان داده شده است.

سپس داربست‌های آلومینایی در محلول‌های فوق در دمای 80°C به مدت چهار ساعت غوطه‌ور شدند. پس از این مرحله، داربست‌ها در آب مقطر و اتانول شستشو و به مدت یک ساعت در دمای 160°C حرارت داده شدند.

جدول ۱: نسبت حجمی $\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$ در نمونه‌های مختلف.

کد نمونه	AH11	AH13	AH16	AH19
نسبت آب اکسیژنه به اسیدسولفوریک	۱:۱	۱:۳	۱:۶	۱:۹

به منظور بررسی تغییرات فازی، در ابتدا داربست‌ها پودر شده و سپس از دستگاه آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) ساخت کارخانه Siemens در محدوده 20° – 70° با طول موج $\lambda=1/5406 \text{ \AA}$ استفاده شد. اندازه کریستالیت‌های (D)

می‌شود [۷]. کاشتنی‌های آلومینایی باید در بافت‌های اطراف خود تثبیت شوند. قفل شدن مکانیکی با استفاده از زیرسازی سطح کاشتنی، ساده‌ترین راه برای تثبیت در حفره استخوانی است. اگرچه، با این روش رشد بافت استخوانی را در داربست متخلخل آلومینایی به دلیل زیست‌خنثی بودن آن نمی‌توان تضمین نمود. روش دیگر برای اینکه این نوع داربست‌ها را به طور محکم در محیط بیولوژیکی تثبیت نمود، اصلاح سطح آنها و ایجاد مواضع فعال سطحی روی آنها است.

زیست‌فعالی یک ماده به شدت تحت تاثیر ساختار و حضور گروه‌های عاملی مانند آمین ($-\text{NH}_2$) یا هیدروکسیل ($-\text{OH}$) روی سطوح آن است [۸]. حضور گروه‌های هیدروکسیل روی سطح یک داربست آلومینایی نقش مهمی را در زیست‌فعالی این کاشتنی‌های زیست‌خنثی و افزایش چسبندگی سلول‌ها روی سطوح آنها ایفا می‌نماید [۹-۱۱].

عوامل اتصال دهنده (coupling agents) مانند سیلان‌ها، جهت بهبود مقاومت شیمیایی اتصال بین دو ماده غیر مشابه با استفاده از یک پل شیمیایی بین آنها به کار می‌روند [۱۲، ۱۳]. هیدرولیز گروه‌های آلکوکسی در مرحله اول اتفاق می‌افتد. تری متوکسی سیلان، $\text{RSi}(\text{OM})_3$ با هیدرولیز یک یا بیشتر از یک گروه M واکنش می‌دهد تا تشکیل سیلان را دهد. سپس گروه آلکوکسی قادر خواهد بود به طور شیمیایی شبکه سیلوکسان را با تراکم سیلان تری ال جذب شده با یکدیگر یا با واکنش مستقیم با گروه OH روی سطح بستر غیر آلی ایجاد نماید. پیوند کووالانسی با سطح بستر در طی خشک کردن یا پخت و پس از خروج آب از سیستم تشکیل می‌شود [۱۴].

در این تحقیق، ابتدا روی سطح داربست آلومینایی با استفاده از غوطه‌ور نمودن این داربست‌ها در محلول اسید سولفوریک/آب اکسیژنه مواضع فعال هیدروکسیل ایجاد شد تا بتوان بر بستر داربست خنثی اصلاح سطح سیلانی را در مرحله بعدی تحقیق انجام داد.

پارامترهای شبکه a و c برای ساختارهای کریستالی هگزاگونال مانند کورانوم بوسیله رابطه زیر تعیین می شود [۱۹].

$$d_{hkl} = \left[\frac{4}{3a^2} (h^2 + k^2 + hk) + \frac{l^2}{c^2} \right]^{-\frac{1}{2}} \quad (5)$$

در رابطه فوق a و c پارامترهای شبکه، h ، k و l اندیس صفحات و d_{hkl} فاصله بین صفحات می باشد. اشکال اساسی در استفاده از این روش برای بدست آوردن ثابت شبکه مقادیر متفاوت ثابت ناشی از صفحات مختلف است. در محاسبات ثابت شبکه باید به اعوجاج موجود در پیک های پراش پرتو ایکس و اینکه نوک پیک نشان دهنده مکان واقعی شدت بیشینه نیست، توجه داشت. روش های مختلفی برای اصلاح این خطا پیشنهاد شده است. با استفاده از روش Nelson-Riley می توان این مقادیر را تصحیح نمود. تابع Nelson-Riley به صورت زیر است:

$$F(\theta) = \frac{1}{2} \left(\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right) \quad (6)$$

که در این رابطه، θ زاویه براگ است [۱۶، ۱۸، ۲۰]. در روش Nelson-Riley، مقدار پارامتر شبکه از استقراء تابع Nelson-Riley به صورتی که $f(\theta) \rightarrow 0$ به دست می آید. برای اینکه پارامتر شبکه تعیین شود، ابتدا d_{hkl} با استفاده از رابطه براگ (رابطه ۴) به دست آمد و سپس مقادیر a و c با استفاده از رابطه ۵ به دست آمدند و سپس با استفاده از رابطه Nelson-Riley (رابطه ۶) مقدار $F(\theta)$ تعیین گردید. در انتها با استفاده از مقادیر به دست آمده، نمودار $F(\theta)$ بر حسب پارامترهای شبکه a و c رسم شده و خطی که از بیشترین داده ها عبور می کند را امتداد داده تا محور عمودی یعنی محور پارامترهای شبکه را قطع نماید و آن نقاط پارامترهای اصلی شبکه خواهد بود.

داربست های آلومینایی قبل و بعد از اصلاح سطح با استفاده از فرمول Scherrer تخمین زده شده است [۱۶]:

$$D = \frac{K\lambda}{B_{1/2} \cos \theta} \quad (1)$$

که D اندازه بلور در مقیاس \AA می باشد، K فاکتور شکل مساوی 0.9 ، λ طول موج اشعه ایکس مساوی 1.54056\AA ، θ زاویه براگ مربوط به پیک ناشی از پراش و $B_{1/2}$ بر حسب رادیان به صورت زیر تعریف می شود:

$$B_{1/2} = (B_m^2 - b_s^2)^{1/2} \quad (2)$$

B_m ، عرض پیک پراش در نصف ارتفاع مربوط به نمونه و b_s ، عرض پیک پراش در نصف ارتفاع مربوط به نمونه استاندارد است.

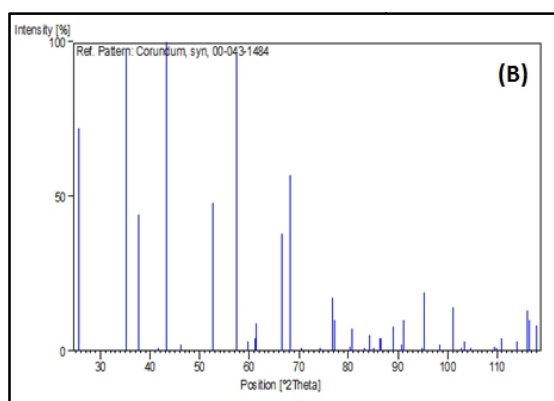
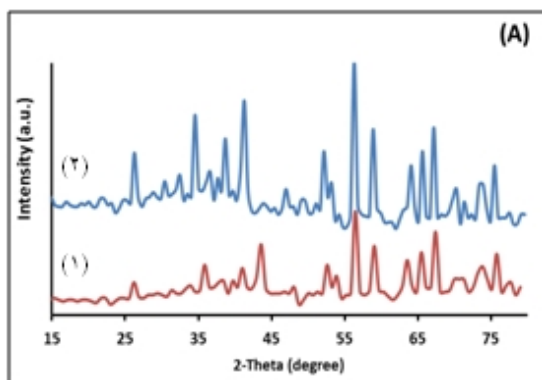
تغییرات درجه کریستالی داربست های آلومینایی نیز قبل و پس از اصلاح سطح با استفاده از مساحت سطح زیر نمودار پیک های XRD که با نرم افزار Origin70 به صورت زیر محاسبه شدند [۱۷]:

$$\text{crystallinity}(\%) = \frac{A_{\text{crystalline}}}{(A_{\text{crystalline}} + A_{\text{amorphous}})} \times 100 \quad (3)$$

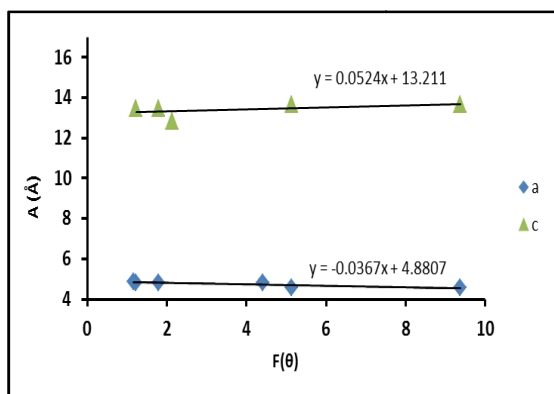
که $A_{\text{crystalline}}$ ، سطح زیر نمودار پیک های کریستالی و $A_{\text{crystalline}} + A_{\text{amorphous}}$ سطح زیر نمودار پیک های کریستالی و آمورف می باشد. پیک های پراش مختلف در XRD تعیین گردید و مقادیر مربوط به فاصله بین صفحات، d_{hkl} ، h ، k ، l اندیس های میلر هستند، از رابطه براگ محاسبه می شوند [۱۶، ۱۸].

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (4)$$

حال با استفاده از مقادیر جدول‌های ۲ و ۳، نمودارهای $F(\theta)$ را بر حسب پارامترهای شبکه رسم کرده و خطی که از بیشترین داده‌ها عبور می‌کند را امتداد داده تا محور عمودی یعنی محور پارامترهای شبکه را قطع کند و آن نقاط پارامترهای اصلی شبکه خواهد بود (شکل‌های ۲ و ۳).



شکل ۱: (A) XRD مربوط به داربست آلومینایی هیدراته شده (۱) و داربست آلومینایی (۲)، (B) خطوط مرجع JCPDS شماره ۰۰-۰۴۳-۱۴۸۴ مربوط به XRD فاز کوراندوم.



شکل ۲: ارتباط معادله نلسون-رایلی با پارامترهای شبکه داربست آلومینایی، A پارامتر شبکه بر حسب Å و $F(\theta)$ تابع نلسون-رایلی.

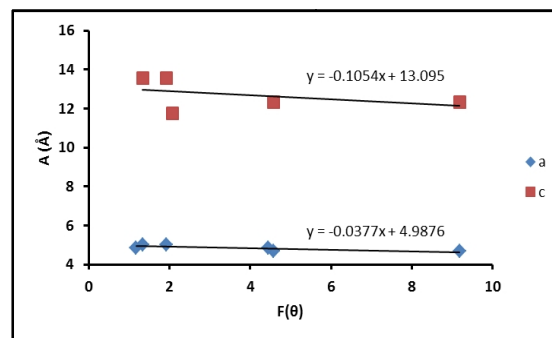
به منظور بررسی ساختار شیمیایی داربست آلومینایی قبل و بعد از هیدراته شدن از دستگاه FTIR مدل Nicolet 8700 ساخت شرکت ترمو کشور آمریکا در محدوده طیف $500-4000 \text{ cm}^{-1}$ استفاده شد. جهت آماده‌سازی، نمونه پودر شده و روی سطح قرص KBr پخش شد. نتایج حاصل به وسیله نرم‌افزار OMNIC6.1a مربوط به دستگاه FTIR مورد ارزیابی نسبی قرار گرفت.

جهت انتخاب پیک بهینه از لحاظ تشکیل بنیان‌های هیدروکسیل در بین نمونه‌های هیدراته شده، تمامی طیف‌های FTIR نرم‌الیزه شد. بدین ترتیب که خط پایه تصحیح و سپس با استفاده از نرم‌افزار پیک‌های جذبی به صورت نسبی بر پایه شدیدترین پیک پیوند تغییر یافت [۲۱]. جهت بررسی مورفولوژی داربست‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل XL30 ساخت شرکت Philips کشور هلند استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

همانطور که انتظار می‌رفت، تمامی پیک‌ها با توجه به اینکه فاز اولیه آلومینا بوده مربوط به کوراندوم است. خطوط مرجع JCPDS شماره ۰۰-۰۴۳-۱۴۸۴ مربوط به XRD فاز کوراندوم نیز در تصویر ۱ نمایش داده شده است. شدت پیک‌ها بعد از هیدراته شدن کاهش یافته است که احتمالاً نشان از کاهش درجه بلورینگی و افزایش سهم فاز آمورف در ساختار دارد. تغییرات درجه بلورینگی با استفاده از نرم‌افزار Origin70 و فرمول ۳ محاسبه شد. همان‌گونه در تصویر مشاهده می‌شود، شدت پیک‌ها پس از تشکیل بنیان‌های فعال سطحی کاهش یافته است. محاسبات نشان داد که مقدار درجه بلورینگی برای داربست اولیه برابر با ۷۷٪ و برای داربست دارای سطح فعال شده برابر با ۶۶٪ است. با استفاده از فرمول‌های ۴ تا ۶، مقدار پارامترهای شبکه صفحات مختلف بلورین داربست آلومینایی (قبل و بعد از فعال‌سازی سطح) محاسبه شده که کل نتایج در جدول‌های ۲ و ۳ خلاصه شده است.

با توجه به این دو نمودار، از امتداد دادن دو خط نمودارهای مربوط به پارامترهای شبکه a و c برای نمونه داربست آلومینایی دارای سطح ختنی به ترتیب برابر با $۴/۸۸$ و $۱۳/۲۱$ و برای نمونه داربست آلومینایی دارای سطح فعال به ترتیب برابر با $۴/۹۸۷$ و $۱۱/۷۴۴$ است. بنابراین، مقدار c/a برای نمونه داربست آلومینایی اولیه و داربست دارای سطح فعال به ترتیب برابر با $۲/۷۰$ و $۲/۶۸۶$ است که نسبت به کوراندوم طبیعی $c/a = ۲/۷۳$ اختلاف چندانی ندارد.



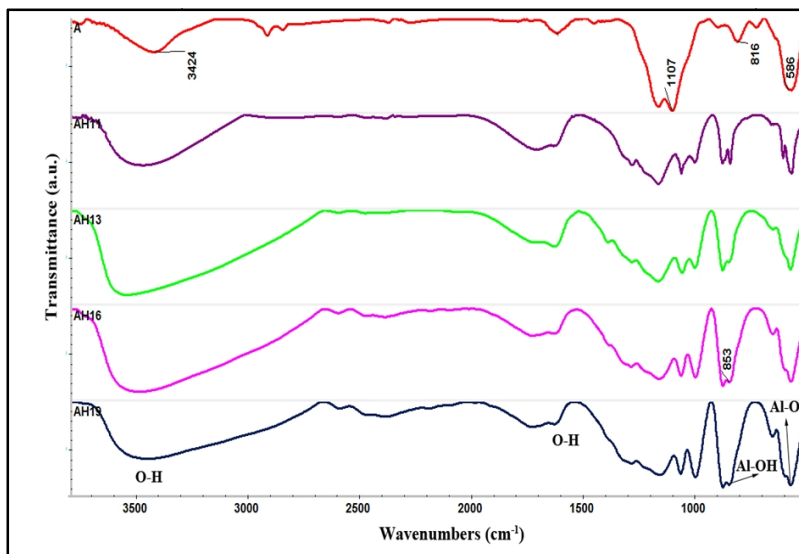
شکل ۳: ارتباط معادله NR با پارامترهای شبکه داربست آلومینایی دارای سطح فعال، A پارامتر شبکه بر حسب \AA ، $F(\theta)$ تابع NR.

جدول ۲: ویژگی‌های بلورین صفحات مختلف داربست آلومینایی.

D (Å)	FWHM	F(θ)	c (Å)	a (Å)	d_{hkl} (Å)	2θ (deg)	(hkl)
۲۷۲	۰/۳۰	۹/۳۷	۱۳/۶۶۰۶	۴/۶۵۰۳	۳/۴۲	۲۶/۰۶	(۰۱۲)
۲۷۷	۰/۳۰	۵/۱۴	۱۳/۶۶۰۶	۴/۶۵۰۳	۲/۵۸	۳۴/۷۳	(۱۰۴)
۱۶۱۲	۰/۰۵	۴/۴۱	-	۴/۸۲۰۴	۲/۴۱	۳۷/۳۱	(۱۱۰)
۵۰	۱/۷۶	۲/۱۳	۱۲/۸۱	-	۱/۷۶	۵۱/۸۴	(۰۲۴)
۶۰۰	۰/۱۵	۱/۷۹	۱۳/۴۷۷	۴/۸۲۳۱	۱/۶۴	۵۵/۹۴	(۱۱۶)
۶۲۹	۰/۱۵	۱/۲۳	۱۳/۴۷۷	۴/۸۲۳۱	۱/۴۳	۶۵/۲۷	(۲۱۴)
۶۳۴	۰/۱۵	۱/۱۶	-	۴/۸۵	۱/۴۰	۶۶/۸۲	(۳۰۰)

جدول ۳: ویژگی‌های بلورین صفحات مختلف داربست آلومینایی دارای سطح فعال.

D (Å)	FWHM	F(θ)	c (Å)	a (Å)	d_{hkl} (Å)	2θ (deg)	(hkl)
۲۷۲	۰/۳۰	۹/۱۸	۱۲/۳۰۹	۴/۶۸۱۴	۳/۳۹	۲۶/۳۲	(۰۱۲)
۲۷۹	۰/۳۰	۴/۵۸	۱۲/۳۰۹	۴/۶۸۱۴	۲/۴۵	۳۶/۶۶	(۱۰۴)
۲۷۹	۰/۳۰	۴/۴۵	-	۴/۸۳۷۷	۲/۴۲	۳۷/۱۷	(۱۱۰)
۲۹۵	۰/۳۰	۲/۰۷	۱۱/۷۴۴	-	۱/۷۴	۵۲/۵۳	(۰۲۴)
۴۴۶۰	۰/۰۲	۱/۹۳	۱۳/۵۵۱۱	۴/۹۹۸	۱/۷۰	۵۴/۱۰	(۱۱۶)
۴۶۶۱	۰/۰۲	۱/۳۴	۱۳/۵۵۱۱	۴/۹۹۸	۱/۴۷	۶۳/۱۱	(۲۱۴)
۳۱۷	۰/۳۰	۱/۱۸	-	۴/۸۷۴	۱/۴۱	۶۶/۴۶	(۳۰۰)

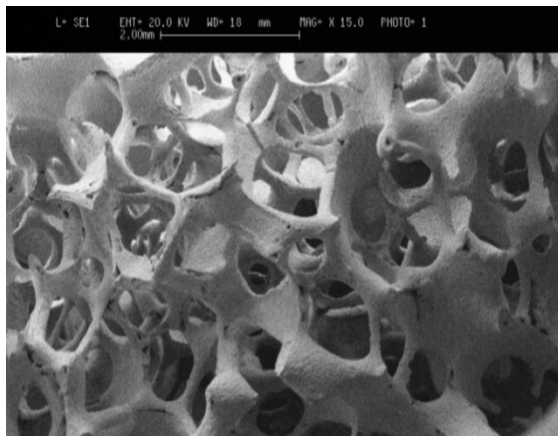


شکل ۴: طیف‌های FTIR برای نمونه‌های داربست آلومینایی (A) و داربست‌های دارای سطح فعال AH11، AH13، AH16 و AH19.

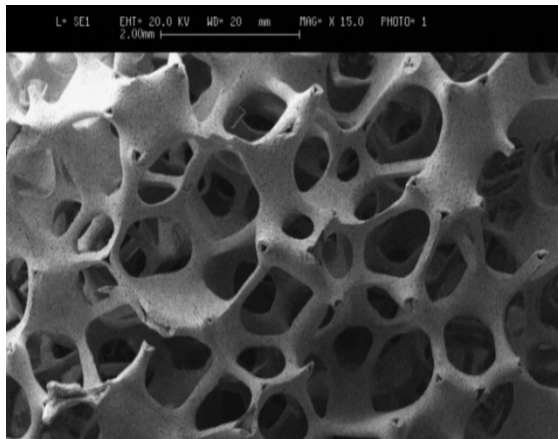
این پیک مربوط به ارتعاشات خمشی بنیان Al-OH است [۲۳]. بنابراین، بنیان OH در تمامی نمونه‌های هیدراته ظاهر شده است. عبیدی و همکاران [۲۴] از روش طیف‌سنجی FTIR برای مطالعه رشته‌های پنبه استفاده کردند. این محققین، نیز جهت بررسی FTIR طیف‌ها را نرمالیزه کردند. همچنین، زافارزکا و همکاران نیز از این روش برای بررسی و مقایسه FTIR رنگ خالص و رنگ پوشش استفاده کردند [۲۵]. به منظور انتخاب پیک بهینه از لحاظ تشکیل بنیان‌های هیدروکسیل در بین نمونه‌های هیدراته شده، تمامی طیف‌های FTIR نرمالیزه شدند. بدین ترتیب که خط پایه تصحیح و با استفاده از نرم‌افزار دستگاه FTIR یعنی نرم‌افزار OMNIC پیک‌های جذبی به صورت نسبی بر پایه شدیدترین پیک پیوند تغییر یافت [۲۱]. بر اساس معادله ۷، مساحت پیک مربوط به Al-OH یعنی در حدود 884 cm^{-1} به مساحت پیک مربوط به Al-O یعنی در حدود 586 cm^{-1} که در نمونه داربست آلومینا نیز وجود دارد تقسیم شد، که نتایج مربوط به آن در جدول ۴ به طور خلاصه نشان داده شده است.

ساختار شیمیایی داربست آلومینایی قبل و بعد از هیدراته شدن با استفاده از دستگاه FTIR مورد ارزیابی قرار گرفته است (شکل ۴). پیک پهن تشکیل شده در حدود 3500 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی آب جذب شده بر سطح نمونه است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود با افزایش درصد اسید سولفوریک در محلول مقدار پهنای این پیک افزایش یافته، و نشان‌دهنده جذب بیشتر آب بر سطح نمونه است. پیک مربوط به 1621 cm^{-1} نیز مربوط به ارتعاشات خمشی آب است که همان‌طور که مشاهده می‌شود پهنای این پیک‌ها با افزایش مقدار اسیدسولفوریک زیادتر شده است. در نمونه آلومینایی (A)، پیک مربوط به 1107 cm^{-1} مربوط به بنیان Al-O است. شدت این پیک با هیدراته شدن کاهش یافته است که نشان از تشکیل بنیان‌های هیدروکسیل بر سطح داربست دارد. همچنین، پیک مربوط به 586 cm^{-1} مربوط به Al-O کششی است [۲۲]. نکته قابل توجه در این پیک‌ها، باند تشکیل شده در حدود $900-1700 \text{ cm}^{-1}$ است که این باند پس از هیدراته شدن داربست تشکیل شده است.

جدول ۴: مقایسه مساحت پیک‌های FTIR مربوط به بنیان Al-OH و Al-O در داربست‌های آلومینایی هیدراته شده.					
نسبت مساحت Al-OH/Al-O	مساحت پیک مربوط به Al-O	عدد موجی (cm^{-1}) مربوط به Al-O	مساحت پیک مربوط به Al-OH	عدد موجی (cm^{-1}) مربوط به Al-OH	نمونه
-	۶۸۹۱/۳۳	۵۱۹-۵۸۹	-	-	A
۰/۷	۵۵۵۱/۳۹	۴۸۳-۷۰۲	۴۰۷۳/۱۷	۷۵۵-۹۲۱	AH11
۰/۸	۵۶۳۴/۶۶	۴۸۹-۷۲۹	۴۶۳۳/۳۹	۷۶۹-۹۳۱	AH13
۰/۹۸	۷۵۳۰/۲۸	۴۹۶-۷۱۶	۷۳۹۲/۷۸	۷۴۹-۹۳۱	AH16
۰/۹۳	۹۳۲۹/۶۸	۴۹۲-۷۱۹	۸۶۹۳/۰۷	۷۴۵-۹۳۱	AH19



(الف)



(ب)

شکل ۵: تصاویر SEM از داربست آلومینایی، (الف) با سطح خنثی و (ب) با سطح فعال (نمونه AH16).

ساختار کریستالی و پارامترهای شبکه داربست اولیه شبیه به کوراندوم طبیعی می‌باشد.

$$Ratio_{(Al-OH)/(Al-O)} = \frac{Area_{884\text{ cm}^{-1}}}{Area_{586\text{ cm}^{-1}}} \quad (V)$$

به نظر می‌رسد که افزایش مقدار اسید، در تشکیل بنیان‌های هیدروکسیل نقش مستقیم دارد. نتایج نشان داد که مقدار بنیان Al-OH در نمونه AH16 نسبت به بقیه بیشتر است و سطح فعال بیشتری دارد.

در شکل ۵، تصاویر SEM از سطح داربست آلومینای با سطح خنثی و فعال با بزرگنمایی ۱۵ نمایش داده شده است. شبکه ماکروسکوپی داربست‌ها جهت تغذیه سلول‌ها، مهاجرت سلول‌ها از طریق فضای سه بعدی، تبادل ضایعات و رنگ‌زایی جدید پس از کاشت درون تنی داربست ضروری است [۲۶]. اندازه تخلخل‌های داربست‌ها برای بازسازی استخوان باید بزرگتر از ۱۰۰ میکرومتر و حفره‌ها باید به هم پیوسته باشند. همان‌طور که در تصاویر دیده می‌شود، داربست‌ها قبل و پس از تشکیل سطح فعال از محدوده تخلخل بسیار مناسبی جهت کاربردهای استخوانی دارند. همان‌طور که مشاهده می‌شود، تخلخل‌های داربست به هم پیوسته هستند که این مساله برای رشد استخوان بسیار مهم است. در این تحقیق، سطح داربست آلومینایی که از لحاظ شیمیایی خنثی می‌باشد، به طور موفقیت‌آمیز فعال و آماده سیلان نمودن در مرحله بعدی تحقیق شد. بعد از فعال شدن سطح درجه کریستالی کاهش و فاز آمورف افزایش یافت.

مراجع

- [1] R.P. Lanza, R. Langer, "Principles of Tissue Engineering", Academic Press, Orlando, 2000.
- [2] D.W. Huttmacher, *Biomaterial*, **21**, 2000, 2529.
- [3] X.H. Liu, P.X. Ma, *Ann. Biomed. Eng.*, **32**, 2004, 477.
- [4] A.P. Pego, A. Poot, *J. Control. Release Rel.*, **87**, 2003, 69.
- [5] L.L. Hench, J. Wilson, "An Introduction to Bioceramics"; World Scientific, Singapore, 1993.
- [6] L.L. Hench, *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 1991, 1487.
- [7] S. Hulbert, F. Young, *J. Biomed. Mater. Res.*, **4**, 1970, 433.
- [8] H. Fischer, C. Niedhart, *Biomaterial*, **26**, 2005, 6151.
- [9] B.D. Boyan, T.W. Hummert, *Biomaterial*, **17**, 1996, 137.
- [10] A. Tiwari, H.J. Salacinski, *FASEB. J.*, **16**, 2002, 791.
- [11] L. Bren, L. English, "Effect of surface characteristics of metallic biomaterials on the interaction with osteoblast cells", Proceedings of 7th world biomaterials congress, Australia, 2004.
- [12] R.A. Sousa, *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, **14**, 2001, 475.
- [13] M.E. Gomes, R.L. Reis, *J. Coat. Technol.*, **65**, 1993, 57.
- [14] Y.C. Yang, S.B. Jeong, *Powder. Tech.*, **191**, 2009, 117.
- [15] S. Joughehdoust, A. Behnamghader, M. Imani, M. Daliri, A.H. Hashemi-Doulabi, *Ceramics International*, **39**, 2013, 209.
- [16] B.D. Cullity, "Elements of X-ray Diffraction", Addison-Wesley, Massachusetts, 1979.
- [17] V.B. Gupta, V.K. Kothari, "Manufactured Fiber Technology", Chapman & Hall, 1997.
- [18] P.E.Y. Flewitt, R.K. Wild, "Physical Methods for Material Characterization", IOP Publishing Ltd., London, 1994.
- [19] M. Lucht, M. Lerche, *J. Appl. Cryst.*, **36**, 2003, 1075.
- [20] N. Tigau, V. Ciupina, *J. Cryst. Growth*, **269**, 2004, 392.
- [21] R. Davis, L.J. Mau, "FT-IR spectroscopy: A rapid tool for detection and analysis of foodborne pathogenic bacteria, Current research technology and education topics in applied microbiology and microbial biotechnology", A. Mendez-Vilas (Ed), Bruker-Tensor-FTIR-instructions.
- [22] T. Meher, A. Basu, *Ceramics International*, **31**, 2005, 831.
- [23] Z. Li, *Spectrochimica Acta Part A*, **71**, 2008, 1525.
- [24] N. Abidi, E. Hequet, L. Cabrales, "Applications of FT-IR to Study Cotton Fibers, Fourier Transforms-New Analytical Approaches and FTIR Strategies", Prof. Goran Nikolice (Ed.), (2011) ISBN: 978-953-307-232-6.
- [25] M. Szafarska, M. Wozniakiewicz, M. Pilch, J. Zieba-Palus, P. Koscielniak, *Journal of Molecular Structure*, **924**, 2009, 504.
- [26] M. Zilberman, "Active Implants and Scaffolds for Tissue Regeneration", Springer, Heidelberg, 2011.

نتایج نشان داد که نسبت پارامترهای شبکه (c/a) داربست اولیه برابر با ۲/۷۰ و برای داربست دارای سطح فعال برابر با ۲/۶۸۶ می باشد. به نظر می رسد که افزایش مقدار اسید، در تشکیل بنیان های هیدروکسیل نقش مستقیم داشته است.

۴- نتیجه گیری

در اثر اصلاح سطح داربست های آلومینایی، درجه بلورینگی کاهش و فاز آمورف افزایش یافت. ساختار کریستالی و پارامترهای شبکه داربست بسیار نزدیک به کوراندوم طبیعی است. حضور بنیان هیدروکسیل بر روی سطح داربست ها، موجب خواهد شد که داربست آلومینایی زیست خنثی به زیست فعال تبدیل گردد. حضور هر چه بیشتر بنیان هیدروکسیل زمینه را برای لایه نشانی سیلان و چسبندگی بهتر سلول به سطح داربست فراهم می نماید. نتایج نشان داد که افزایش مقدار اسید، در تشکیل بنیان های هیدروکسیل بر سطح داربست آلومینایی اولیه نقش مستقیم داشته است. همچنین، داربست ها قبل و پس از تشکیل سطح فعال از محدوده تخلخل بسیار مناسبی جهت کاربردهای استخوانی برخوردار هستند. مورفولوژی این داربست ها و وجود تخلخل های به هم پیوسته موجب خواهد شد که برای کاربردهای مهندسی بافت استخوان مناسب باشند.