

مقایسه خواص فیزیکی - شیمیایی پوشش نانو کامپوزیت شیشه زیست فعال - دی اکسید تیتانیوم و زیست فعالی آنها

مجتبی نصر اصفهانی^{۱*}، رضا ابراهیمی^۲، محمد صالح داداش^۳ و سعید کرباسی^۴

۱ و ۲- استادیار، دانشگاه آزاد اسلامی - واحد نجف آباد

۳- کارشناسی ارشد مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی - واحد نجف آباد

۴- استادیار، گروه فیزیک پزشکی، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان

*m-nasresfahani@iaun.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۸۹/۰۲/۳۰، تاریخ پذیرش: ۸۹/۰۴/۲۵)

چکیده

هدف از این پژوهش تهیه، توسعه و مشخصه یابی پوشش نانوساختار شیشه زیست فعال (58S) - تیتانیوم دی اکسید به روش سل-ژل برای اصلاح زیست سازگاری فولاد زنگ نزن 316L به منظور به کارگیری در مصارف پزشکی و دندانپزشکی بود. نانوذرات شیشه زیست فعال 58S به وسیله روش سل-ژل سریع تهیه و بعد از کلسینه در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد با غلظت های ۳۰، ۵۰ و ۷۰ گرم در لیتر به سل تیتانیا اضافه شد. سل های کامپوزیتی حاصل بر روی صفحات فولاد زنگ نزن 316L به روش غوطه وری پوشش داده شد و در ۶۰۰ درجه سانتی گراد عملیات حرارتی شد. خواص فیزیکی - شیمیایی شامل، ریخت شناسی سطح، بلورینگی، ابعاد بلور و چسبندگی به زمینه فولادی فیلم های کامپوزیتی توسط تکنیک های میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، تحلیلگر طیف نگار تفکیک انرژی (EDS)، پراش اشعه X (XRD)، میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) و آزمون ریزسختی سنج و یکرز مورد بررسی قرار گرفت. فیلم های کامپوزیتی شیشه زیست فعال - تیتانیوم دی اکسید بدون ترک های ماکرو و هموزن، با ابعاد کوچکتر از ۱۰۰ نانومتر و یک چسبندگی عالی بین فیلم ها و زمینه فولاد زنگ نزن (۴۵۰ ویکرز) به دست آمد. زیست فعالی پوشش های کامپوزیتی به وسیله فروردن پوشش ها در مایع شبیه سازی شده بدن (SBF) به مدت ۳۰ روز مورد بررسی قرار گرفت. بعد از ۳۰ روز غوطه وری، یک لایه کامل کربناتی حاوی آپاتیت بر روی سطح هر سه فیلم تشکیل شد، به طوری که با افزایش غلظت شیشه زیستی میزان هیدرکسی آپاتیت افزایش یافت.

واژه های کلیدی:

شیشه زیست فعال، نانو کامپوزیت، فرآیند سل-ژل، فولاد زنگ نزن 316L، پوشش دادن.

۱- مقدمه

استفاده می شود. بیومواد ماده ای است که در بدن موجود زنده بی اثر و از نظر داروشناسی خنثی است و برای کاشتن در سیستم های زنده یا استفاده همراه با آن طراحی گردیده است.

بیومواد گروهی از مواد طبیعی و یا مصنوعی می باشند که از آنها برای جایگزین سازی یا تعویض بخشی از بدن انسان یا موجود زنده یا به منظور کار کردن در تماس نزدیک با بافت زنده

داده و از نفوذ یون‌های فلزی مضر به داخل بافت‌های بدن و نواحی اطراف آن جلوگیری نمایند. یکی از ساده‌ترین روش‌های جلوگیری از خوردگی یا نفوذ یون‌های فلزی، پوشش سطح به وسیله یک پوشش محافظ می‌باشد [۶].

از زمان اختراع شیشه زیست‌فعال توسط هنج^۷ در اواخر دهه ۶۰ میلادی، مواد زیست‌فعال بسیاری (مانند شیشه‌ها، هیدروکسی آپاتیت زینتر شده، شیشه-سرامیک‌ها و کامپوزیت‌ها) تولید شدند که از طریق ایجاد یک لایه هیدروکسی آپاتیت در سطح با بافت زنده پیوند ایجاد می‌کند [۷].

در این میان، شیشه‌های زیست‌فعال به دلیل خواص مکانیکی ضعیف، محدودیت‌های بسیاری را در موقعیت‌های تحت بار در بدن ایجاد نموده‌اند. ضمن اینکه چسبندگی شیشه‌های زیست‌فعال به زمینه کم بوده و به مرور زمان در محیط بدن حل می‌شوند [۸ و ۹]. به همین دلیل شیشه‌های زیست‌فعال را اغلب در کنار یک ماده مستحکم دیگر تهیه و مورد مصرف قرار می‌دهند. بدین ترتیب می‌توان بدون کاهش زیست‌فعالی، خواص سطحی مانند استحکام و چسبندگی به زیر لایه را شدیداً افزایش داد. تولید مواد کامپوزیتی از جمله روش‌های مناسب برای افزایش خواص مکانیکی مواد ضعیف‌تر می‌باشد. در این رابطه انتخاب یا طراحی مواد، نقش بسیار مهمی در دستیابی به اجزایی با قابلیت‌های بالا دارد.

در این پژوهش در ادامه پژوهش‌های قبلی در خصوص پوشش‌های زیست‌فعال [۱۰]، نانوذرات شیشه زیست‌فعال 58S به روش سل-ژل تهیه شد و در داخل سل تیتانیم با درصدهای ۳۰، ۵۰ و ۷۰ گرم بر لیتر وارد گردید. در ادامه نانو کامپوزیت‌های حاصل را به روش غوطه‌وری بر روی سطح فولاد زنگ‌نزن 316L لایه‌نشانی کرده و مورفولوژی و زیست‌فعالی آنها مورد ارزیابی قرار گرفت. در پایان نیز نتایج حاصل با یکدیگر مورد مقایسه قرار گرفت.

حدود ۳۰ سال پیش، سپارها و فلزات تجاری برای کاشتنی‌ها، ابزارها و وسایل پزشکی مورد استفاده قرار می‌گرفت. در این زمان انگیزه و تحرک نسبتاً کمی برای توسعه مواد جدید وجود داشت. با توجه به افزایش سرعت استفاده از بیومواد به عنوان کاشتنی در بیمارانی که خواستار بالا رفتن عمر مفید کاشتنی در بدن خود و در نتیجه افزایش طول عمر خود می‌باشند، متخصصان و دانشمندان بیومواد سعی نمودند تا مناسب‌ترین بیومواد را جهت کاربرد در بدن به جامعه پزشکی معرفی و جایگزین مواد قبلی نمایند [۱]. به همین دلیل، تمرکز تحقیقات و مطالعات بر طول مدت کارآیی بیومواد مصنوعی بوده است که بتوانند یک فصل مشترک با بافت زنده با قابلیت پایداری زیستی - مکانیکی و زیستی - بافتی به طور همزمان ایجاد کنند [۲].

ضرورت کاهش هزینه‌ها در خدمات بهداشت عمومی استفاده از فولاد زنگ‌نزن را به عنوان اقتصادی‌ترین کاشتنی اورتوپدی مرجح می‌نماید. کاشتنی‌های فولاد زنگ‌نزن 316L در محیط‌های فیزیولوژیکی که در آنها غلظت بالای از کلراید وجود دارد، شدیداً دچار خوردگی گالوانیکی می‌شود [۳]. بدین ترتیب و در نتیجه خوردگی، عناصر مضر Cr، Ni و Co در محیط بدن آزاد می‌شود [۴]. تأثیرات مسموم‌کننده و مخرب عناصر Cr، Ni و Co آزاد شده از کاشتنی‌های فلزی 316L در محیط بدن، قبلاً توسط محققان با نام واپنر^۸ مورد بررسی قرار گرفته است. این مطالعات نشان داده است که وجود Ni سبب بروز یک نوع پیشرفته از بیماری‌های پوستی در حیوانات آزمایشگاهی شده و همچنین عنصر Co شدیداً سرطان‌زا می‌باشد [۵]. در یک مطالعه بر روی محصولات خوردگی آزاد شده از کاشتنی‌های فولاد زنگ‌نزن 316L، مشخص گردید که اینگونه محصولات در یک مقادیر مشخص قادر می‌باشند تا یاخته‌های استخوان‌ساز بدن انسان را نیز تحت تأثیر خود قرار داده و مشکلاتی را برای فرد بیمار ایجاد نمایند [۵]. از این رو، تحقیقات و مطالعات مرتبط با کاشتنی‌های فولاد زنگ‌نزن 316L به سمتی حرکت می‌کند تا بتواند مقاوت خوردگی این فلز را افزایش

۲- روش تحقیق

۲-۱- مواد لازم

تترااتیل اورتوسیلیکات (TEOS)، با خلوص ۹۹ درصد، تیتانیم ایزوپروپوکساید (TTIP)، تری اتیل فسفات (TEP)، کلسیم نیترات چهار آب (Ca(NO₃)₂·4H₂O)، اتانول خالص (CH₃CH₂OH) و هیدروکلریک اسید (HCl) ۳۵ درصد از شرکت مرک^۱ برای تهیه سل تیتانیم دی اکسید و شیشه زیست فعال استفاده شد. این مواد شیمیایی بدون هیچ گونه خالص سازی مورد استفاده قرار گرفت. در کلیه واکنش ها از آب دو بار تقطیر استفاده شد. جهت لایه نشانی شیشه های زیست فعال از صفحات فولاد زنگ نزن 316L به ابعاد ۲ mm × ۲/۵ cm × ۷/۵ cm استفاده گردید.

۲-۲- تهیه نانوذرات شیشه زیست فعال

مقدار ۲۱/۶ میلی لیتر TEOS و ۲/۸ میلی لیتر اسید نیتریک ۲ مولار در اتانول حل شده و محلول حاصل در دمای اتاق به مدت ۳۰ دقیقه به هم زده شد. از اتانول به عنوان توزیع کننده استفاده گردید تا از رشد ذرات کلوییدی در طول ژل شدن جلوگیری گردد و نقطه ژل شدن به تعویق بیفتد و بتوان ذرات با اندازه کوچکتر به دست آورد [۱۱ و ۱۲]. در ادامه مقدار ۲/۲ میلی لیتر TEP به داخل سل سیلیکاتی اسیدی اضافه گردید. پس از ۲۰ دقیقه به هم زدن محلول، مقدار ۱۴/۰۴ گرم Ca(NO₃)₂·4H₂O به سل اسیدی حاصل اضافه کرده و به شدت هم زده شد. در پایان مقداری محلول آمونیاک به سل اضافه شد تا ژل شیشه زیست فعال تولید گردد. برای جلوگیری از انباشتگی، ژل حاصل به شدت به وسیله مگنت به هم زده شد. به منظور حذف آب باقی مانده و اتانول، ژل را در داخل خشک کن آزمایشگاهی قرار داده و به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد نگهداری شد. در نهایت و به منظور کلسینه کردن نانوذرات شیشه زیست فعال 58S، پودر ژل خشک شده به مدت ۲ ساعت در هوا و در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد با سرعت حرارت دهی ۳ درجه سانتی گراد بر دقیقه، حرارت داده شد.

۲-۳- روش تولید سل دی اکسید تیتانیم

برای تهیه سل تیتانیم دی اکسید ابتدا مقدار ۷/۵ میلی لیتر TTIP را در ایزوپروپانول حل کردیم. پس از به هم زدن محلول و با توجه به نسبت ۴ = DEA/TTIP، مقدار مناسبی DEA (دی اتانل آمین) به محلول اضافه شد. محلول به مدت ۲ ساعت در دمای اتاق هم زده شد. در مرحله آخر طبق نسبت مولی ۲ = H₂O/TTIP آب به محلول اضافه شد. سل حاصل شفاف و پس از نگهداری به مدت طولانی پایدار بود.

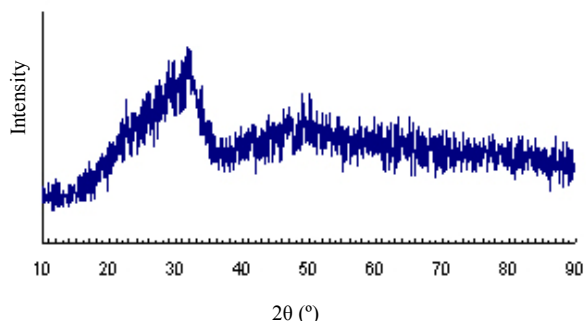
۲-۴- تهیه فیلم های لایه نازک کامپوزیتی از شیشه

زیست فعال - تیتانیم دی اکسید بر روی فولاد 316L

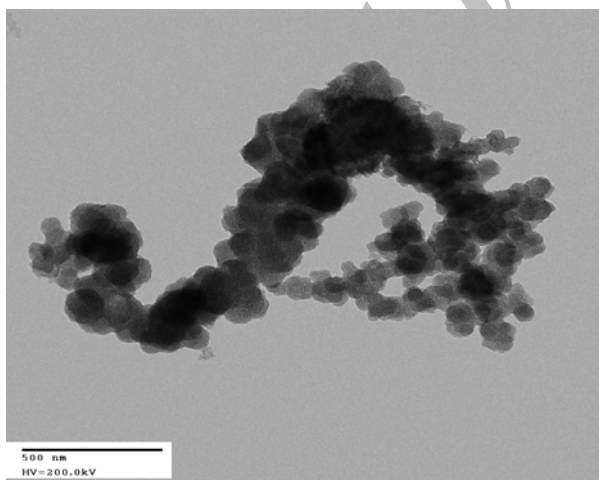
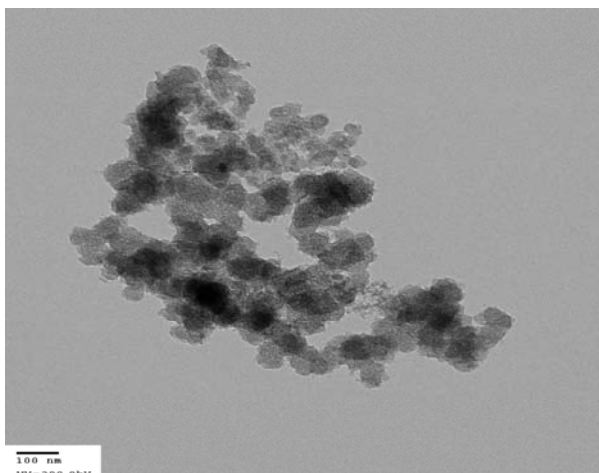
کامپوزیت های نانوساختار شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید با اضافه نمودن مقادیر ۳۰، ۵۰ و ۷۰ گرم بر لیتر از نانوذرات شیشه زیست فعال به داخل سل دی اکسید تیتانیم ساخته شد. پودر شیشه زیست فعال به آرامی و در حین به هم زدن شدید به داخل سل دی اکسید تیتانیم اضافه گردید تا از انباشتگی نانوذرات شیشه زیست فعال در داخل سل تیتانیم دی اکسید جلوگیری شود. بدین ترتیب یک محلول سفید رنگ و لزج حاصل شد.

صفحات فولاد زنگ نزن 316L به وسیله حمام فراصوت با اتیل الکل به مدت ۲۰ دقیقه شستشو شد. پس از اتمام شستشو صفحات به مدت ۴ ساعت در دمای ۱۲۵ درجه سانتی گراد حرارت داده شد تا سطح آنها کاملاً خشک شود.

لایه نشانی سطح صفحات با کامپوزیت های شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید به روش غوطه وری و با سرعت ۰/۳۰ میلی متر بر ثانیه انجام گرفت. پس از هر مرحله لایه نشانی، صفحات فولادی به مدت ۲۴ ساعت در خشک کن قرار داده شد تا سطح آنها کاملاً خشک شود. در این پژوهش پوشش های کامپوزیتی دو مرتبه بر روی سطح صفحات فولادی لایه نشانی گردید. پس از پایان فرآیند لایه نشانی، صفحات فولادی به یک کوره مرحله ای برنامه پذیر (اکسایتون ۱۵۰۰) منتقل شد. دمای کوره با سرعت ثابت ۳ درجه سانتی گراد بر دقیقه افزایش یافت تا به ۱۰۰ درجه سانتی گراد برسد. پس از آن نمونه ها به مدت ۱ ساعت در این دما نگهداری گردید. در ادامه دمای کوره با



شکل (۱): الگوی پراش اشعه ایکس برای شیشه زیست فعال پس از عملیات حرارتی در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد.



شکل (۲): تصاویر تهیه شده توسط TEM از نانوپودرهای شیشه زیست فعال 58S کلکسینه شده در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد.

سرعت ۳ درجه سانتی گراد بر دقیقه تا دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد افزایش یافت و نمونه‌ها باز هم، مدت یک ساعت در این دما نگهداری شد. پس از پایان عملیات حرارتی، کوره خاموش شده و نمونه‌ها به آرامی در کوره خنک گردید.

۲-۵- مشخصه یابی

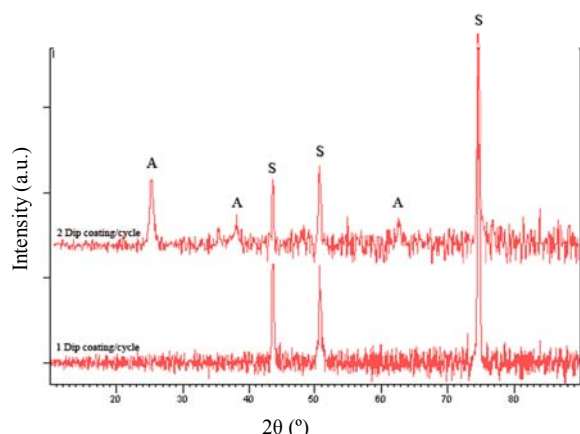
آزمون‌های در محیط مصنوعی^۹ توسط غوطه‌وری نمونه‌های پوشش داده شده در محلول شبیه‌سازی شده بدن (SBF) انجام شد. نمونه‌ها در این محلول به مدت ۳۰ روز و در دمای ۳۷ درجه سانتی گراد با رعایت نسبت سطح نمونه به حجم محلول از ۰/۳۵ cm/ml غوطه‌ور گردید. برای بررسی‌های ساختاری از دستگاه‌های پراش پرتو ایکس (XRD) مدل Philips Xpert با آنود مسی (Cu K α)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل Philips XL30 و میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) (Hitachi600) استفاده گردید. سختی پوشش‌ها، به وسیله دستگاه ریزسختی سنج ویکرز فیشراسکوپ (HM2000 S) مطابق با استاندارد DIN EN ISO ۱۴۵۷۷ اندازه‌گیری گردید.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- ارزیابی ذرات در ابعاد نانو

در شکل (۱) الگوی XRD حاصل از شیشه زیست فعال 58S آورده شده است. همانگونه که مشاهده می‌شود، عدم وجود پیک‌های مربوط به پراش، به جز یک نوار پهن در محدوده ۱۵ تا ۴۰ درجه، نشان‌دهنده آن است که شیشه زیست فعال تولیدی دارای ساختاری کاملاً آمورف می‌باشد. این مطلب همچنین با نتایج سایر محققان نیز مطابقت دارد [۱۳].

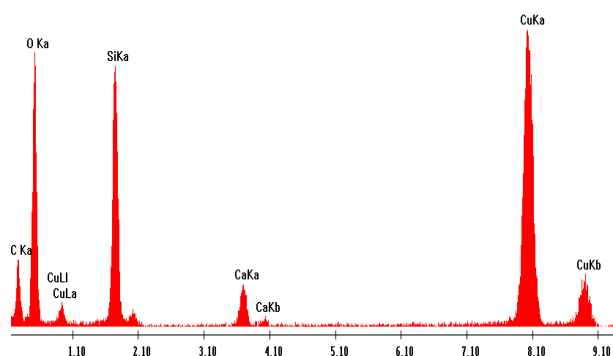
تصاویر TEM پودر شیشه زیست فعال تولیدی در شکل (۲) آورده شده است. در این شکل‌ها می‌توان مشاهده نمود که میانگین اندازه ذرات شیشه زیست فعال در حدود ۵۰ تا ۶۰ نانومتر می‌باشد که این اندازه برای ایجاد اتصالات سلولی بسیار مناسب است [۱۴]. مطالعات انجام شده در این رابطه نشان داده است که حضور نانوذرات سرامیکی کوچکتر از ۱۰۰ نانومتر،



شکل (۴): الگوهای پراش پرتو ایکس برای دو سیکل لایه‌نشانی / عملیات حرارتی در پوشش کامپوزیتی شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید (۷۰ گرم بر لیتر) بر روی زیر لایه 316L (A: آاناتاز، S: زیر لایه).

مقایسه با تیتانیای روتایل، فاز آاناتاز دارای خواصی منحصر به فرد برای کاربردهای پزشکی بوده و به خوبی می‌تواند اثر متقابل میان فلز و نگه‌دارنده را تحمل نماید. هنگامی که سطح آاناتاز در معرض محلول شبیه‌سازی شده بدن قرار بگیرد، یون‌های تیتانیم موجود در اکسید تیتانیم گروه‌های OH را جذب می‌نماید. نقطه ایزوالکتریک برای آاناتاز در حدود ۵/۹ می‌باشد که این مقدار بسیار پایین‌تر از pH محلول شبیه‌سازی شده بدن (۷/۴) می‌باشد [۱۵]. به همین دلیل سطح آاناتاز دی‌پلاریزه شده و گروه‌های Ti-O^- بر روی سطح آن ایجاد می‌شود. این گروه‌های منفی یون‌های Ca^{2+} را از محلول شبیه‌سازی شده بدن جذب نموده و سبب ایجاد آپاتیت شبه استخوانی بر روی سطح می‌شود [۱۵]. با توجه به موارد بالا می‌توان گفت که تیتانیم دی اکسید به صورت فاز آاناتاز از قابلیت‌های بسیار زیادی در کاربردهای پزشکی برخوردار است.

مورفولوژی سطحی پوشش نانو کامپوزیتی شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید لایه‌نشانی شده بر روی زیر لایه 316L در شکل (۵) آورده شده است. تصاویر نشان‌دهنده این مطلب می‌باشد که پوشش لایه‌نشانی شده کاملاً همگن بوده و دارای مقداری حفرات و ترک‌های بسیار ریز می‌باشد. از طرفی



شکل (۳): طیف EDS به دست آمده از نانوذرات شیشه زیست فعال 58S.

پاسخ‌دهی سلول به مواردی همچون جذب پروتئین را تسریع می‌نماید [۱۴].

به منظور انجام آنالیز عنصری کیفی نانوذرات شیشه زیست فعال از تحلیلگر EDS موجود در دستگاه TEM استفاده شد. نتیجه حاصل در شکل (۳) بیانگر حضور کلسیم، سیلیسیم و اکسیژن در نمونه‌ها می‌باشد. لازم به ذکر است که سیگنال مس موجود در طیف EDS مربوط به شبکه نگه‌دارنده نمونه، در دستگاه TEM است.

۲-۳- مشخصه‌یابی پوشش نانو-کامپوزیتی شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید

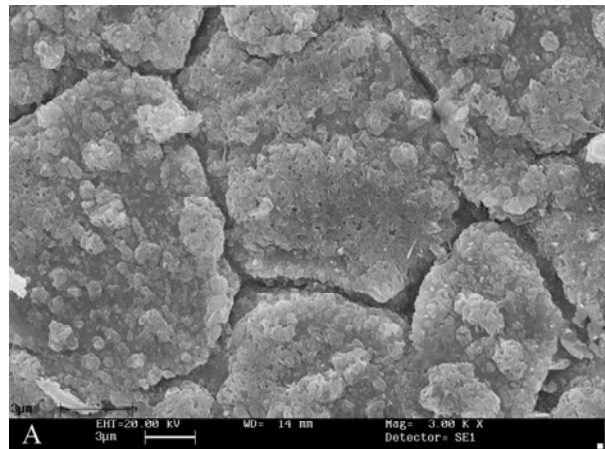
در شکل (۴) الگوهای پراش برای پوشش نانو کامپوزیتی شیشه زیست فعال - دی اکسید تیتانیم لایه‌نشانی شده بر روی زیر لایه فولاد زنگ‌نزن 316L آورده شده است. الگوهای پراش بیانگر این مطلب می‌باشد که تیتانیم دی اکسید موجود در پوشش به صورت فاز آاناتاز در هر دو نمونه دیده می‌شود. مطلب دیگری که در شکل (۴) مشهود است، افزایش ضخامت پوشش پس از هر سیکل پوشش‌دهی / عملیات حرارتی منجر به افزایش شدت پیک‌ها می‌شود. همان‌گونه که در بالا به آن اشاره شد، تیتانیم دی اکسید موجود در نانو کامپوزیت شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید به صورت فاز آاناتاز وجود دارد. فازهای کریستالی دی اکسید تیتانیم شامل روتایل، آاناتاز و بروکایت می‌باشند. آاناتاز یک فاز ناپایدار بوده و در دماهای بالا به روتایل استحاله پیدا می‌کند (این استحاله همراه با رشد دانه‌ها می‌باشد). در

سختی از مقدار ۳۸۲/۴ ویکرز تا ۴۵۰ ویکرز برای زیر لایه 316L افزایش پیدا کرد. با توجه به این مطلب می توان گفت، نانوذرات شیشه زیست فعال دارای نقش بسیار مهمی در افزایش سختی پوشش نانو کامپوزیتی شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید می باشند که علت آن می تواند تشکیل نانو کامپوزیت و اصلاح ضریب انبساط حرارتی پوشش باشد.

۳-۳- ارزیابی زیست فعالی پوشش نانو کامپوزیتی شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید

هنگامی که مواد زیستی در داخل یک بافت زنده قرار داده می شود، یک مجموعه فعل و انفعالات با بافت زنده ایجاد کرده و در نتیجه آن یک پیوند شیمیایی بسیار شدید با استخوان یا بافت زنده ایجاد می شود. زیست فعالی مواد زیستی شدیداً وابسته به ترکیب شیمیایی و خواص فیزیکی آنها می باشد. شیشه های زیست فعال و برخی سرامیک های خاص زمانی که در بدن کاشته شوند، یون های Ca^{2+} را در نتیجه تبادل با پروتون مایعات بدن آزاد می کنند. در این حالت و در نتیجه آزاد شدن گسترده یون های Ca^{2+} ، موقعیت های جوانه زنی Si-OH ایجاد شده و به تدریج رسوب آپاتیت بر روی سطح تشکیل می شود. از طرفی وجود تیتانیم دی اکسید به عنوان زمینه در نانو کامپوزیت شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید سبب می شود تا علاوه بر موقعیت های Si-OH، یک سری موقعیت های Ti-O-Si نیز به عنوان موقعیت جوانه زنی بر روی سطح پوشش ایجاد گردد [۱۸]. این موقعیت ها، جوانه زنی آپاتیت بر روی سطح را تشدید کرده و بدین ترتیب لایه بسیار ضخیمی از هیدروکسی آپاتیت بر روی سطح پوشش تشکیل می شود. مکانیزم توصیف شده در بالا را می توان در محلول شبیه ساز بدن انسان، شبیه سازی نمود.

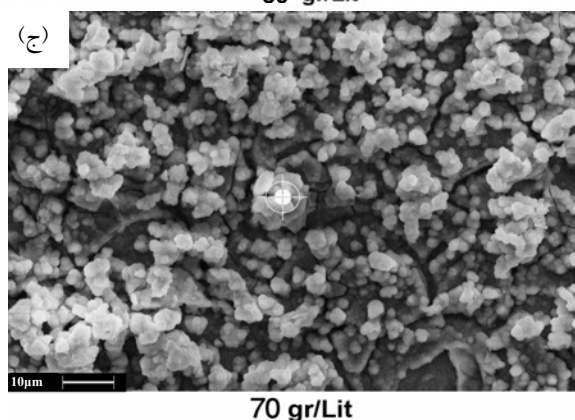
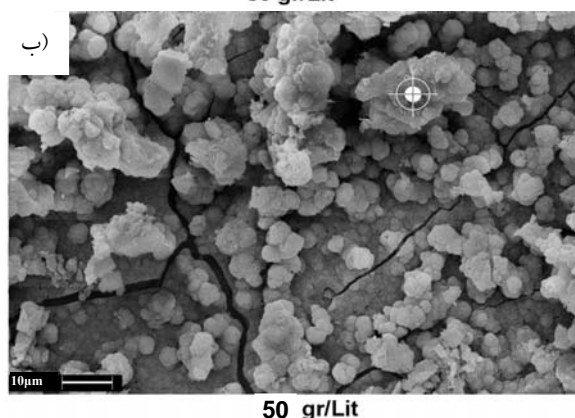
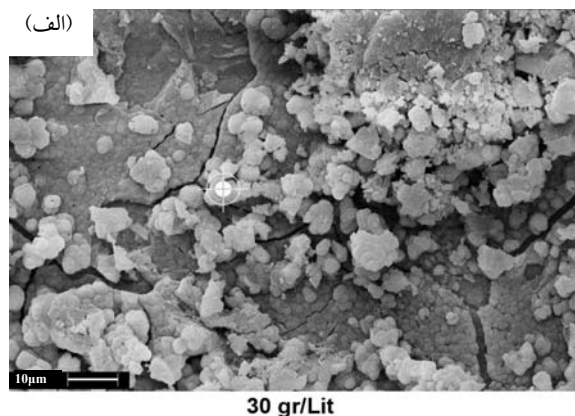
با توجه به موارد بالا مشخص می شود که در داخل مایعات بدن یا محلول شبیه ساز خون، شیشه زیست فعال موقعیت های Si-OH و تیتانیم دی اکسید موقعیت های Ti-O-Si را ایجاد می کند. بدین ترتیب جوانه زنی و رشد هیدروکسی آپاتیت بر روی سطح تشدید می شود.



شکل (۵): تصویر میکروسکوپ الکترونی تهیه شده از سطح پوشش نانو کامپوزیتی شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید (۷۰ گرم بر لیتر) لایه نشانی شده بر روی زیر لایه 316L.

مقدار و فراوانی این ریز ترک ها با افزایش تعداد سیکل های لایه نشانی / عملیات حرارتی افزایش پیدا می کند. وجود ریز ترک در پوشش های تیتانیمی با تنش های فشاری باقیمانده رابطه مستقیمی دارد [۱۶]. تنش های فشاری در نتیجه واکنش های شیمیایی و در طول خشک کردن سطح پوشش به وجود می آید. با توجه به اختلاف در ضرایب انبساط حرارتی میان پوشش با $(10^{-6} / ^\circ C) \times (2/8 - 2/1)$ و زیر لایه (فولاد زنگ نزن $(10^{-6} / ^\circ C) \times (10/3)$) این تنش ها به عنوان مولد ریز ترک ها عمل می کند.

در این پژوهش از نانوذرات شیشه زیست فعال با غلظت های ۳۰، ۵۰ و ۷۰ گرم بر لیتر در نانو کامپوزیت شیشه زیست فعال - تیتانیم دی اکسید استفاده گردید. نتایج آزمایشات سختی نشان دهنده این مطلب می باشد که وجود نانوذرات شیشه زیست فعال در زمینه تیتانیم سختی پوشش های تیتانیمی معمول را شدیداً افزایش می دهد. لازم به ذکر است که پوشش تیتانیا با ساختار آنا تاز دارای عدد سختی ۳۲۷ ویکرز می باشد [۱۷]. البته این میزان افزایش در سختی برای مقادیر مختلف از نانوذرات شیشه زیست فعال اضافه شده به زمینه تیتانیایی متفاوت است. زمانی که شیشه زیست فعال اضافه شده به زمینه تیتانیایی از مقدار ۳۰ گرم بر لیتر تا ۷۰ گرم بر لیتر افزایش پیدا می کند، در نتیجه آن عدد



شکل (۶): تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح پوشش نانو کامپوزیتی شیشه زیست فعال- دی اکسید تیتانیم لایه نشانی شده بر روی زیر لایه 316L، پس از غوطه‌وری در محلول شبیه‌ساز بدن انسان به مدت ۳۰ روز در $pH \approx 7.3$ و دمای ۳۷ درجه سانتی‌گراد، (الف) ۳۰، (ب) ۵۰ و (ج) ۷۰ گرم بر لیتر.

در شکل (۶) تصاویر میکروسکوپ الکترونی تهیه شده از سطح پوشش نانو کامپوزیتی شیشه زیست فعال- تیتانیم دی اکسید لایه نشانی شده بر روی زیر لایه 316L با غلظت‌های ۳۰، ۵۰ و ۷۰ گرم بر لیتر شیشه زیست فعال در سل تیتانیا، پس از غوطه‌وری در محلول شبیه‌ساز بدن انسان به مدت ۳۰ روز در $pH \approx 7.3$ و دمای ۳۷ درجه سانتی‌گراد، آورده شده است. مطابق با نتایج به دست آمده از تحلیل گر EDS موجود در دستگاه میکروسکوپ الکترونی به وضوح تأیید کننده این مطلب می‌باشد که کلونی‌های ایجاد شده بر روی سطح پوشش نانو هیدروکسی آپاتیت می‌باشد.

همانطور که از مقایسه تصاویر SEM شکل (۶) مشخص است با افزایش درصد شیشه زیست فعال، میزان کلونی‌های هیدروکسی آپاتیت تشکیل شده بر روی سطح افزایش می‌یابد به گونه‌ای که در غلظت ۷۰ گرم بر لیتر شیشه زیست فعال، سطح پوشش نانو کامپوزیتی لایه نشانی شده بر روی زیر لایه 316L کاملاً به وسیله کلونی‌های هیدروکسی آپاتیت پوشیده شده است.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش نانو کامپوزیت شیشه زیست فعال- تیتانیم دی اکسید به روش سل-ژل با غلظت‌های ۳۰، ۵۰ و ۷۰ گرم بر لیتر با موفقیت تهیه شد و بر روی زیر لایه فولاد زنگ‌نزن 316L لایه نشانی شد. نتایج حاصل از مشخصه‌یابی پوشش به صورت زیر خلاصه می‌شود:

۱- تصاویر میکروسکوپ الکترونی بیانگر این مطلب است که سطح پوشش نانو کامپوزیتی شیشه زیست فعال- تیتانیم دی اکسید لایه نشانی شده دارای مقداری ریز ترک می‌باشد که به دلیل وجود اختلاف در ضریب انبساط حرارتی میان پوشش و زیر لایه به وجود آمده است.

[۱۰] م. نصرافهانی، م. فتحی و ح. ادریس، "مقایسه خواص فیزیکی-شیمیایی سه نوع پوشش نانو ساختار شیشه زیست فعال و زیست فعالی آنها"، فصلنامه علمی پژوهشی مهندسی مواد مجلسی، پاییز ۱۳۸۸.

- [11] T. Webster, C. Ergun, R. Doremus, R. Siegel and R. Bizios, "Specific Proteins Mediate Enhanced Osteoblast Adhesion on Nanophase Ceramics", J. Biomed Mater Res., Vol. 51, pp. 475, 2000.
- [12] B. Wei Xiaa and J. Changa, "Preparation and Characterization of Nano-Bioactive Glass (NBG)", J. Material Letters, Vol. 61, pp. 3251-3253, 2007.
- [13] T. Kokubo, "Solution Able to Reproduce in Vivo Surface-Structure Changes in Bioactive Glass-Ceramic A-W", J. Biomed Mater Res., Vol. 24, pp. 721-734, 1990.
- [14] J. Park, "Biomaterials Science and Engineering", Plenum Press, New York, Chap, pp. 193-235, 1990.
- [15] R. Almeida and E. Christensen, "Crystallization Behavior of SiO₂-TiO₂ Sol-Gel Thin Films", J. Sol-Gel Sci. Tech., Vol. 8, pp. 409-413, 1997.
- [16] J. Li, Y. Sun, X. Sun and J. Qiao, "Mechanical and Corrosion-Resistance Performance of Electrodeposited Titania-Nickel Nanocomposite Coatings", J. Surface and Coatings Technology, Vol. 192, pp. 331-335, 2005.
- [17] M. E. Patsi, J. A. Hautaniemi, H. M. Rahiala, T. O. Peltola and I. M. O. Kangasniemi, "Bonding Strengths of Titania Sol-Gel Derived Coatings on Titanium", J. Sol-Gel Sci. Technol., Vol. 11, pp. 55-66, 1998.
- [18] F. Akin, H. Zreiqat and S. Jordan, "Preparation and Analysis of Macroporous TiO₂ Films on Ti Surfaces for Bone-Tissue Implants", J. Biomed Mater Res., Vol. 57, pp. 588-596, 2001.

۷- پی نوشت

- 1- Scanning Electron Microscopy (SEM)
- 2- Electron Diffraction Spectroscopy (EDS)
- 3- X-Ray Diffraction (XRD)
- 4- Transfer Electron Microscopy (TEM)
- 5- Simulated Body Fluid (SBF)
- 6- Wapner
- 7- Hench
- 8- Merck
- 9- In Vitro

۲- با افزایش غلظت نانوشیشه زیست فعال از ۳۰ گرم بر لیتر به ۷۰ گرم بر لیتر عدد سختی پوشش از مقدار ۳۸۲/۴ ویکرز تا ۴۵۰ ویکرز افزایش پیدا می کند.

۳- بررسی های زیست فعالی در محلول شبیه سازی شده بدن نشان داد که کلیه پوشش ها کامپوزیتی زیست فعال بوده و با افزایش غلظت نانوشیشه زیست فعال در کامپوزیت میزان تشکیل لایه آپاتیت بر روی سطح پوشش افزایش می یابد.

۵- تشکر و قدردانی

هزینه های این پژوهش با کمک مالی معاونت پژوهشی دانشگاه آزاد اسلامی نجف آباد انجام شده است.

۶- مراجع

- [1] R. Waterstrat, "Burnishing up on the History of Intermetallics in Dentistry", JOM, pp. 8-14, 1990.
- [2] W. Cao and L. Hench, "Bioactive Materials", Ceramic Int., Vol. 22, pp. 493-507, 1996.
- [3] Y. Okazaki and E. Gotoh, "Biomaterials", Vol. 26, pp. 11-21, 2005.
- [4] H. Placko, S. Brown and J. Payer, "Release of Cobalt and Nickel from a New Total Finger Joint Prosthesis Made of Vitallium", J. Biomed Mater Res., Vol. 17, pp. 655-660, 1983.
- [5] C. Garcia, S. Cere and A. Duran, "Bioactive Coatings Prepared by Sol-Gel on Stainless Steel 316L", J. Non-Cryst., Solid 348, pp. 218-224, 2004.
- [6] P. Galliano, J. De Damborenea, M. Pascual and A. Duran, "Sol-Gel Coatings on 316L Steel for Clinical Applications", J. Sol-Gel Sci. Technol., Vol. 13, pp. 723-727, 1998.
- [7] C. Yuron and Z. Lian, "Effect of Thermal Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Gel-Derived Bioglasses", J. Mater Chem. Phys., Vol. 94, pp. 283-287, 2005.
- [8] V. Muhonen, S. Kujala, A. Vuotikka, V. Aaritalo, T. Peltola, S. Areva, T. Narhi and J. Tuukkanen, "Biocompatibility of Sol-Gel-Derived Titania-Silica Coated Intramedullary NiTi Nails", Acta Biomaterialia Vol. 5, pp. 785-793, 2009.
- [9] V. Aaritalo, S. Areva, M. Jokinen, M. Linden and T. Peltola, "Sol-Gel-Derived TiO₂-SiO₂ Implant Coatings for Direct Tissue Attachment. Part I: Design, Preparation and Characterization", J. Mater Sci: Mater Med., Vol. 18, pp. 1863-1873, 2007.