

بررسی پایداری نانو هیدروکسی آپاتیت تولید شده به روش رسوبی تحت شرایط استریل

سید مجتبی زبرجد^۱، بتول فیض^۲، ناصر شاه طهماسبی^۳ و سید عبدالکریم سجادی^۱

۱- دانشیار، گروه مهندسی مواد، دانشگاه فردوسی مشهد

۲- کارشناس ارشد، گروه فیزیک، دانشگاه پیام نور مشهد

۳- استاد، گروه فیزیک، دانشگاه فردوسی مشهد

zebarjad@um.ac.ir

چکیده

به منظور تولید نانو پودر هیدروکسی آپاتیت ابتدا با استفاده از اسید ارتوفسفریک محلول حاوی فسفر و با کمک محلول آبی هیدروکسید کلسیم محلول حاوی کلسیم تهیه گردید. محلول های حاوی فسفر و کلسیم به آهستگی به یکدیگر افزوده شدند. محلول حاصل در شرایط مشخص و به مدت زمان کافی هم زده شد و به pH حدود ۱۰ رسانده شد. محصول به دست آمده پس از قرار گرفتن در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد و به مدت ۲۴ ساعت خشک و با آسیای گلوله ای خرد گردید. آزمون های پراش پرتو ایکس (XRD) جهت بررسی رفتار بلورینگی، آنالیز وزن سنجی حرارتی (TGA) جهت بررسی رفتار حرارتی و به منظور صحت تولید نانو پودر از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) استفاده گردید. نتایج به دست آمده از آزمون XRD و همچنین بررسی توسط TEM بیانگر تولید پودر نانو هیدروکسی آپاتیت با متوسط ضخامت کمتر از ۳۰ nm است. نتایج آنالیز TGA نشان می دهد که درصد کاهش وزن برای کلیه پودرهای نگهداری شده در دماهای ۲۳-، ۲۵ و ۱۶۰ درجه سانتی گراد کمتر از ۵ درصد می باشد که نشان دهنده وابستگی جزئی تخریب به دمای نگهداری می باشد.

واژه های کلیدی:

نانو هیدروکسی آپاتیت، رفتار حرارتی، تفرق اشعه ایکس، آنالیز وزن سنجی حرارتی.

۱- مقدمه

هیدروکسی آپاتیت (HA) یک ماده معدنی و از اشکال طبیعی کلسیم آپاتیت است و به طور طبیعی در استخوان، دندان و مرجان های دریایی یافت می شود. فرمول شیمیایی آن $Ca_5(PO_4)_3(OH)$ که اغلب به صورت $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ نوشته می شود مشخص کننده دو مولکول در هر سلول واحد

می باشد [۱-۳]. در بین خواص و ویژگی های هیدروکسی آپاتیت می توان به رفتار زیست سازگاری عالی^۱ به همراه زیست فعالی^۲ و زیست تخریب پذیری^۳، هدایت کنندگی^۴ و تحریک کنندگی ساخت^۵ استخوان مناسب اشاره کرد [۴-۱۰]. این رفتارها، اصطلاحاً رفتارهای زیست HA شناخته می شوند. علاوه بر زیست سازگاری عالی، به نظر می رسد که هیدروکسی

دارد و به حدود ۲۰ nm می‌رسد اما با رسیدن به حدود ۷۰ درجه سانتی‌گراد این اندازه به شدت افزایش و به مقدار متوسط ۵۳ nm می‌رسد [۷]. همچنین ینگ^۸، تغییرات چگالی پودر نانوبلورین هیدروکسی آپاتیت تولید شده با روش شیمیایی - مکانیکی با دما را مورد مطالعه قرار داد. نتایج تحقیقات نشان‌دهنده وابستگی شدید چگالی پودر به دما می‌باشد به طوری که در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد چگالی حدوداً ۹۰٪ بوده و در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد به ۹۸٪ می‌رسد در حالی که افزایش دما به ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد باعث کاهش چگالی ۹۷٪ می‌شود [۱].

با توجه به اینکه یکی از کاربردهای نانوهیدروکسی آپاتیت، توانایی آن جهت اتصال به بافت زنده می‌باشد، بنابراین علاوه بر سازگاری باید بتواند شرایط استریل کردن که به دو دسته حرارتی و غیر حرارتی تقسیم‌بندی می‌شود را تحمل کند. در استریل کردن به روش حرارتی یا استفاده از دستگاه فور ماده مورد استریل باید به مدت ۸۰ دقیقه در دمای ۱۶۰ درجه سانتی‌گراد قرار گیرد تا استریل شود. بر اساس مطالعات انجام گرفته توسط نویسندگان مقاله حاضر هیچ تحقیقی در زمینه بررسی پایداری حرارتی نانوهیدروکسی آپاتیت به ویژه در شرایط استریل کردن صورت نگرفته است، بنابراین در این تحقیق سعی شده است رفتار حرارتی نانوهیدروکسی آپاتیت تولید شده به روش رسوبی جهت دانستن دمای تخریب این ماده و نقش شرایط استریل روی آن مورد ارزیابی قرار گیرد.

۲- روش تحقیق

۲-۱- تولید پودر نانو بلورین هیدروکسی آپاتیت به روش

رسوبی

به منظور تولید هیدروکسی آپاتیت مراحل زیر صورت پذیرفت. ابتدا با استفاده از سوسپانسیون آبی اسید ارتوفسفریک (H_3PO_4) محلول حاوی فسفر و با کمک محلول آبی هیدروکسید کلسیم محلول حاوی کلسیم تهیه گردید. محلول حاوی فسفر به تدریج و به آهستگی به محلول حاوی کلسیم افزوده شد. مقدار کلسیم و فسفر در محلول‌ها به نحوی انتخاب شد که نسبت مولی کلسیم

آپاتیت، پیوند شیمیایی مستقیمی با بافت‌های سخت برقرار می‌کند [۳، ۶، ۱۰، ۱۱ و ۱۲]. در حقیقت زیست‌فعال بودن یک ماده توانایی آن را برای اتصال به بافت زنده بدون ایجاد لایه کلاژنی بیان می‌کند. همچنین هیدروکسی آپاتیت، زیست تخریب‌پذیر است و می‌تواند در یک مدت زمان مشخص با استخوان دوباره تولید شده در خلال کاشتن تعویض شود [۳، ۶، ۹، ۱۳ و ۱۴]. اما این ماده در ابعاد میکرونی دارای خاصیت زیست تخریب‌پذیری پایینی است که این یک خاصیت نامطلوب در جراحی اورتوپدی برای تعویض و بهبود استخوان، به دلیل نرخ پایین بازسازی استخوان می‌باشد. به خاطر پایین بودن خاصیت زیست تخریب‌پذیری در ابعاد میکرونی کاشتنی‌های دندان‌تیتانیومی پوشیده شده با هیدروکسی آپاتیت میکرونی نمی‌توانند با استخوان یکی شوند و لذا موفقیت چندان حاصل نمی‌شود [۵ و ۸]. اما زیست تخریب‌پذیری هیدروکسی آپاتیت می‌تواند به واسطه کاهش اندازه دانه‌ی آن به ابعاد نانو بهبود یابد. همچنین این ماده قابلیت یکی شدن با استخوان^۹ را دارد که این خصوصیت در مواد با اندازه نانو ۳ تا ۴ برابر سریعتر نسبت به مواد با اندازه میکرونی صورت می‌گیرد. همچنین هیدروکسی آپاتیت در ابعاد نانو تشابه ساختاری با آپاتیت بیولوژیک بافت‌های سخت بدن دارد [۴، ۵، ۶، ۹، ۱۲ و ۱۴]. در مطالعات و تحقیقات انجام شده روی HA رفتارهای فیزیکی، شیمیایی، زیستی و مکانیکی آن مورد ارزیابی قرار گرفته است. بررسی‌های انجام گرفته روی مورفولوژی هیدروکسی آپاتیت نشان می‌دهد که چگونگی تشکیل و جهت‌گیری بلوری، اندازه ذرات، چگالی و میزان خلل و فرج آن بستگی شدیدی به نحوه عملیات حرارتی صورت گرفته روی آن دارد [۱، ۷ و ۱۱]. به عنوان مثال ژاو^۷ و همکارانش نشان دادند که طیف XRD به دست آمده نانوپودر HA با همان نانوپودر که در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد تف‌جوش شده است، متفاوت است [۱۱]. نتایج تحقیق دیگری نشان می‌دهد که در دمای ۵ درجه سانتی‌گراد متوسط اندازه نانوذرات هیدروکسی آپاتیت بلورین تقریباً ۱۷ nm است و در حالی که این مقدار تا دمای ۵۰ درجه سانتی‌گراد افزایش ناچیزی

بوده است، لذا لازم گردید که دمای تخریب این ماده پس از نگهداری در شرایط دمایی متفاوت بررسی شود. بدین منظور دماهای ۲۵، ۲۳- و ۱۶۰ درجه سانتی گراد انتخاب شدند که دلیل انتخاب این دماها در ادامه آمده است. دمای اتاق به دلیل اینکه این ماده به طور معمول در دمای اتاق نگهداری و استفاده می شود. اما علت انتخاب دمای ۲۳- درجه سانتی گراد این بوده است که تخریب یا عدم آن در این دما به دلیل کاربردهای دندانپزشکی و استفاده در ضایعات ناحیه فک و صورت اهمیت دارد چرا که دمای این محیطها ممکن است به زیر صفر درجه برسد. در نهایت دمای ۱۶۰ درجه سانتی گراد که دمای مورد نیاز برای استریل کردن نمونه توسط دستگاه فور بررسی شد [۶]. به منظور آماده سازی نمونه ها مقداری از پودر نانو بلورین هیدروکسی آپاتیت تولید شده را به مدت ۸۰ دقیقه در دمای ۱۶۰ درجه سانتی گراد و به مدت ۱۸۰ دقیقه در دمای ۲۳- درجه سانتی گراد قرار داده شد و سپس روی این نمونه ها و نمونه ای در دمای اتاق آزمون TGA انجام گرفت.

۳- نتایج و مباحث

۳-۱- تحلیل طیف پراش پرتو X نانوذرات

شکل (۱) طیف به دست آمده از آزمون XRD نانو پودر هیدروکسی آپاتیت می باشد. بر طبق نتایج XRD، ساختار شش گوشه مربوط به هیدروکسی آپاتیت مشاهده شده است. ساختار پودر، کاملاً بلوری و قله ها واضح ظاهر شده اند و پهنای این قله ها زیاد بوده که کوچک بودن اندازه ذرات، در مقیاس نانو را تأیید می کند. در فاز گاما، این قله ها، آشکارتر و پهنای آنها کمتر است. هر چه شدت قله های پراشی بیشتر و تیزتر شود منجر به افزایش اندازه بلورها و به بیان ساده تر افزایش بلورینگی پودر می شود.

طیف XRD نمایش داده شده در شکل (۱) حالت بلورینگی مناسبی از پودر تولید شده را نشان می دهد. فازهای غیر آلی در nCHA تولید شده به روش رسوبی با HA مطابقت خوبی دارد.

به فسفر استوکیومتری باشد. سنتز پودر در دمای ۴۲ درجه سانتی گراد انجام پذیرفت. محصول در شرایط مشخص و به مدت زمان کافی هم زده شد. با افزودن سود سوزآور، pH محلول به حدود ۱۰ رسانده شد. محلول به دست آمده از صافی عبور داده شده و پس از قرار گرفتن در دمای ۸۵ درجه سانتی گراد طی مدت ۲۴ ساعت خشک گردید. جهت خرد کردن پودر تولید شده از آسیای گلوله ای ماهواره ای پرانرژی با سرعت چرخشی rpm ۲۵۰ استفاده شد. گلوله های مورد استفاده از جنس زیرکونیا بوده که برای اعمال نیروهای برشی بیشتر و همچنین افزایش فرکانس برخورد و نیروهای ضربه ای از ۱۳ گلوله به قطر ۱۰ میلی متر، ۷ گلوله به قطر ۱۲ میلی متر و ۷ گلوله به قطر ۱۵ میلی متر استفاده شد.

۲-۲- ارزیابی میکروسکوپی

به منظور بررسی اندازه و مورفولوژی هیدروکسی آپاتیت از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) مدل LEO 912 AB استفاده گردید جهت مشاهده، پودرهای مورد نظر در محیط های آبی متفاوت آب، اتانول و استون پراکنده شدند.

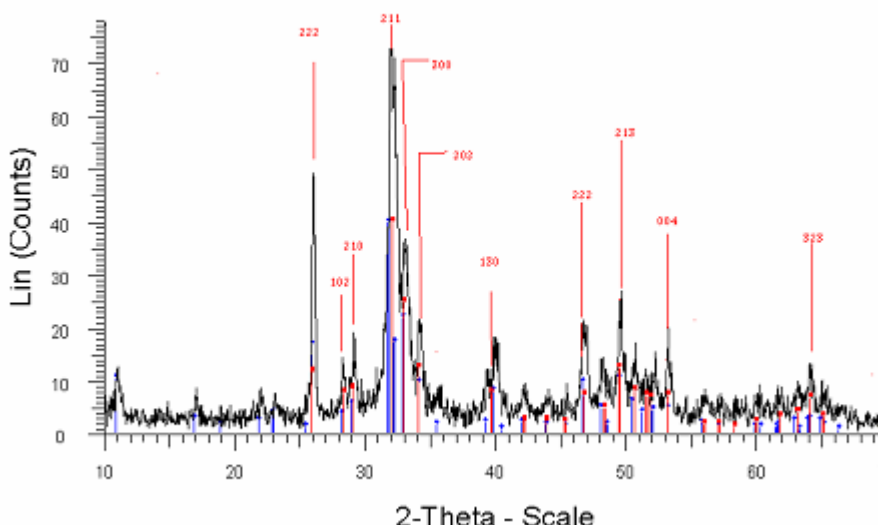
۲-۳- ارزیابی با اشعه X

به منظور بررسی و تعیین ساختار بلورین نانو هیدروکسی آپاتیت تولید شده و نیز تعیین متوسط اندازه بلورها توسط پهن شدگی پیک^{۱۰} از آنالیز پراش پرتو X استفاده گردید. آنالیز XRD توسط دستگاه D8 ADVANCE انجام گرفت، آزمون با طول موج $\lambda_{ka} = 1/4$ انگستروم عنصر مس با $2\theta = 10-70^\circ$ و با سرعت رویش $2^\circ/\text{min}$ صورت گرفت.

۲-۴- ارزیابی رفتار حرارتی

به منظور بررسی رفتار حرارتی و تعیین درجه حرارت تخریب پودر تولید شده آزمون آنالیز وزن سنجی حرارتی (TGA)^{۱۱} توسط دستگاه TGA-50/50H انجام گرفت. در این آزمون با افزایش دما با سرعت $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ، از دمای اتاق تا ۸۰۰ درجه سانتی گراد تغییرات جرم ماده اندازه گیری شد. از آنجایی که هدف اصلی این پژوهش بررسی قابلیت های حرارتی پودر نانو بلورین هیدروکسی آپاتیت به منظور بکارگیری در محیط بدن

24-0033 (D) - Hydroxylapatite - Ca5(PO4)3(OH) - Y: 51.25 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 9.43200 - b 9.4
 03-0747 (D) - Hydroxylapatite - Ca10(PO4)6(OH)2 - Y: 51.25 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - IMc PDF 1. - S-Q 50.0 %



شکل (۱): طیف XRD نانوهیدروکسی آپاتیت.

می توان اندازه نانوبلورکها را به کمک رابطه دبای- شرر^{۱۷} به دست آورد:

$$D = \frac{K \lambda}{\beta_{size} \cos \theta} \quad (1)$$

در این رابطه $\lambda_{ka} = 1/54A$ بوده است و β_{size} از رابطه (۲) محاسبه شده است. باید توجه کرد این رابطه در صورتی معتبر است که به هم چسبیدگی بین دانه ها بسیار کم و قابل چشم پوشی باشد.

$$\beta_{size} = (FWHM)(\pi/180) \quad (2)$$

در جدول (۱) اطلاعات ساختاری (موقعیت، پهنای قله ها و اندازه نانوبلورکها) به کمک آنالیز پراش پرتو X برای چند قله اصلی ارائه شده است.

برای بدست آوردن دقیق اندازه نانوبلورکها باید محدودیتهای دستگاه پراش پرتو X را نیز در نظر گرفت. با توجه به این نکات و با فرض کوچک بودن کرنش بین دانه ها، پهنایی که برای یک قله با توزیع گوسی مشاهده می شود را می توان به صورت زیر نوشت:

$$\beta_{obs}^2 = \beta_{size}^2 + \beta_{inst}^2 \quad (3)$$

صفحات کریستالی ایجاد شده نیز با نتایج ثبت شده در تحقیقات پیشین شباهت دارد. صفحات کریستالی (۲۱۱) در زاویه $32/02^\circ$ ، (۳۰۰) در زاویه $33/09^\circ$ ، (۲۲۲) در زاویه $46/66^\circ$ و (۲۱۳) در زاویه $49/56^\circ$ در شکل (۱) مشهود است و این صفحات به وضوح در نتایج مطالعات پیشین که nCHA را به روش هایی غیر از روش رسوبی تولید کرده اند وجود دارد. از جمله این مطالعات می توان به مطالعه موروگان^{۱۲} که nHA را با استفاده از روش شیمی تر تولید نموده اشاره کرد [۲]. تطابق نتایج تحقیق حاضر با تحقیق صورت گرفته توسط یوانا^{۱۳} و همکارانش [۶]، نیز قابل توجه می باشد. همچنین نتایج آزمون XRD بر روی نمونه های تجاری HA توسط لی^{۱۴} و همکارانش [۷] و ژیانو^{۱۵} و همکارانش [۱۳] بدست آمده است، مؤید نتایج تحقیق حاضر می باشد. اما در بررسی طیف XRD مربوط به پودر HA غیر نانویی، یک جابجایی ناچیز در مکان قله های بلوری وجود دارد که احتمالاً به خاطر اعوجاج^{۱۶} و آشفستگی در شبکه بلوری، به دلیل داشتن ساختار چرخشی آن می باشد. به کمک موقعیت و پهنای قله ها و تحت شرایط خاص (کوچک بودن کرنش داخلی بین دانه ها)

جدول (۱): اطلاعات ساختاری به کمک آنالیز پراش پرتو X برای چند قله اصلی.

hkl	2θ (deg.)	Intensity (Cps)	FWHM (Obs) (deg.)	d _{exp} (Å)	(D) Crystallite size (nm)
۲۲۲	۲۵/۹۹	۵۰	۰/۲۱۱	۳/۴۲	۴۰/۳۵
۲۱۱	۳۲/۰۷	۶۰/۵	۰/۵۰۶	۲/۷۹	۱۷/۰۵
۳۰۰	۳۳/۰۹	۲۰	۰/۳۹	۲/۷۰	۲۲/۱۸
۲۰۲	۳۴/۲۳	۱۰/۵	۰/۴۷۸	۲/۶۲	۱۸/۱۵
۲۲۲	۴۶/۶۴	۷/۷	۰/۱۶۳	۱/۹۴	۵۵۵/۴۱
۲۱۳	۴۹/۵۴	۸/۰۸	۰/۰۸۸	۱/۸۳	۱۰۳/۸۰

برون‌یابی آن متوسط اندازه کریستالی نانوذرات را بدست می‌دهد. بر اساس این منحنی، متوسط اندازه نانوبلورک‌ها تقریباً ۱۱ nm به دست می‌آید.

در نهایت باید توجه کرد که رفتار بلوری HA تولید شده به روش رسوبی به آنچه از XRD هیدروکسی آپاتیت بیولوژیک بدست آمده شباهت دارد [۱۱].

۳-۲- ارزیابی میکروسکوپ الکترونی

شکل (۳) تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از پودرهای هیدروکسی آپاتیت تولید شده به روش رسوبی که در محیط‌های آب، اتانول و استون پراکنده شده‌اند را نمایش می‌دهد. تصاویر بیانگر این است که ذرات نانوهیدروکسی آپاتیت تولید شده به شکل یک پولک با ضخامت متوسط کمتر از ۴۰ nm می‌باشند که در مقایسه با اندازه متوسط هیدروکسی آپاتیت بیولوژیک که کمتر از ۶۰ nm است، بیانگر مطلوبیت پودر تولید شده برای مصارف بیولوژیک است. همچنین بررسی تصاویر و مقایسه آنها با یکدیگر نشان می‌دهد که میزان به هم چسبیدن (آگلومره شدن) در محیط‌های مختلف، متفاوت است. به نظر می‌رسد

$$\beta_{obs}^2 - \beta_{inst}^2 = \beta_{size}^2 \quad (۴)$$

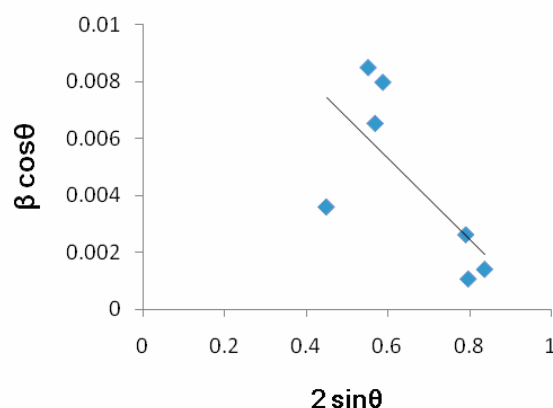
که در این رابطه β_{obs} پهنای مشاهده شده در طیف پراش پرتو X (FWHM در جدول ۱)، β_{size} پهنای ناشی از اندازه نانوبلورک‌ها و β_{inst} پهنای دستگاه پراش پرتو X یا به عبارتی گام‌های دستگاه پراش پرتو X (حساسیت دستگاه) می‌باشد. پس می‌توان رابطه دبی-شرر را به این صورت نوشت:

$$D = \frac{K \lambda}{\sqrt{\beta_{obs}^2 - \beta_{inst}^2} \cos \theta} \quad (۵)$$

حضور ناخالصی در ساختار شبکه‌ای، باعث تغییر انرژی بلوری می‌شود که تنش اضافی به شبکه وارد می‌شود. بنابراین به رابطه دبی-شرر یک جمله افزوده می‌شود که منجر به رابطه ویلیامسون-هال^{۱۸} (۶) می‌شود.

$$\beta_{size} \cos \theta = \frac{k \lambda}{\langle D \rangle} + 2\varepsilon \sin \theta \quad (۶)$$

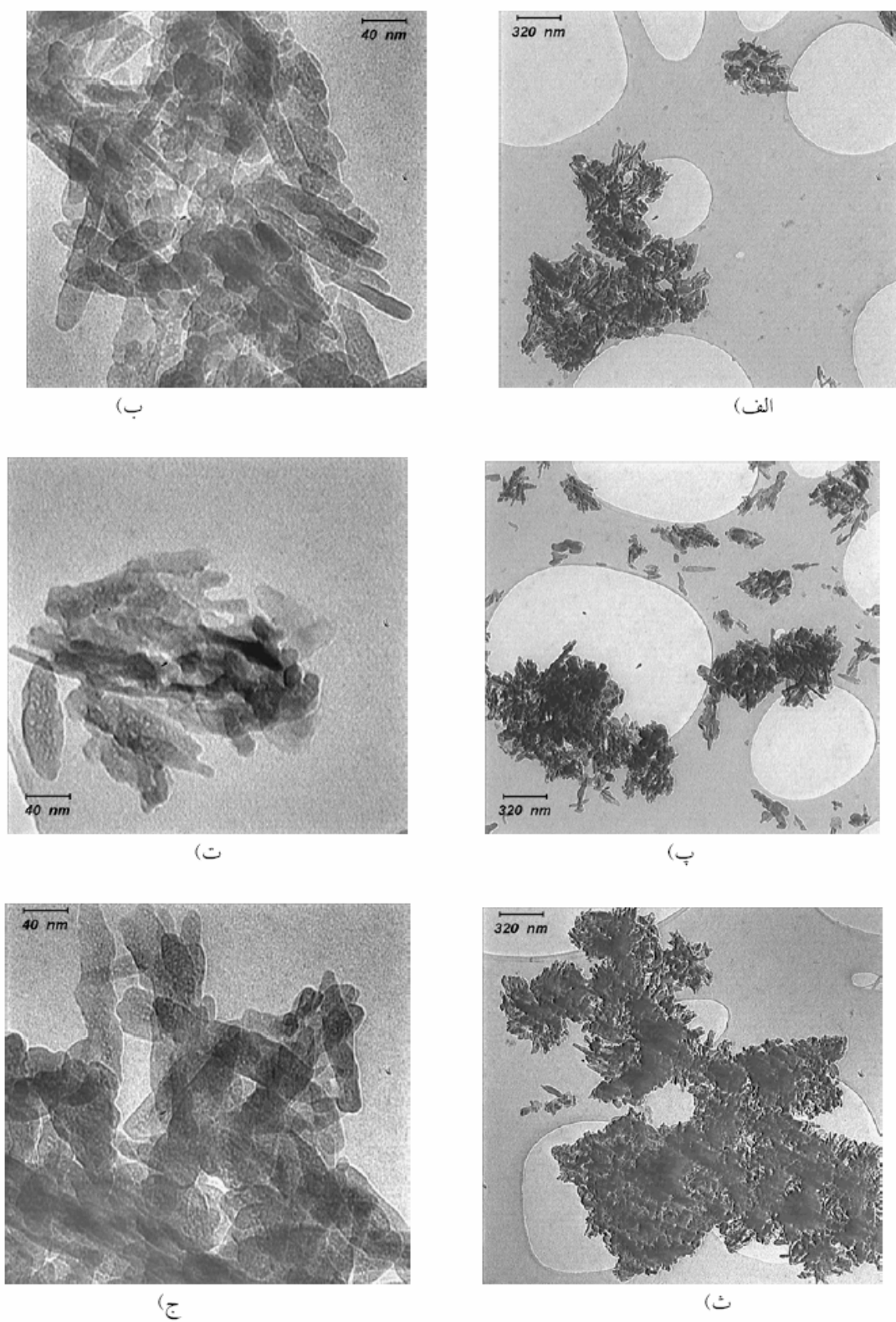
که β_{size} پهنای ناشی از اندازه نانوبلورک‌ها، K فاکتور تصحیح شرر، λ طول موج به کار رفته، θ زاویه پراکندگی، $\langle D \rangle$ متوسط اندازه ذرات و ε تنش است. با استفاده از شکل (۲) نمودار $\beta_{size} \cos \theta$ بر حسب $2 \sin \theta$ (روش ترسیمی ویلیامسون-هال) می‌توان ε و $\langle D \rangle$ را محاسبه کرد. شیب خط مقدار تنش و



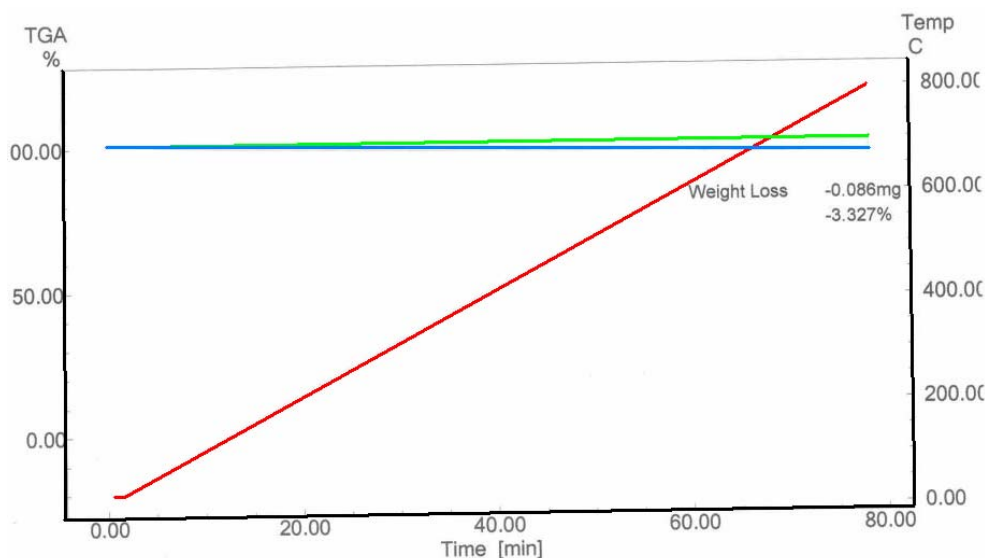
شکل (۲): منحنی ویلیامسون-هال.

به دلیل اینکه الکترونگاتیوی اتم‌های اصلی آن با اتم‌های مجاور از ۰/۴ بیشتر و از ۱/۷ کمتر است، ماده‌ای قطبی است و به دلیل اینکه در کنار مولکول آن عامل OH است، بنابراین دارای پیوند هیدروژنی است. لذا این ماده هم توانایی برقراری پیوند هیدروژنی و هم پیوند دو قطبی-دوقطبی قوی را دارد. پس این ماده در آب که حلالی قطبی و هیدروژنی است به خوبی پراکنده می‌شود و از کمترین میزان آگلومره شدن برخوردار است. همانطور که اشاره شد به‌طور کلی اتانول در مقایسه با آب از قطبیت کمتری برخوردار است و چون تنها یک اتم هیدروژن که قابلیت برقراری پیوند هیدروژنی را دارد، دارا می‌باشد پیوند هیدروژنی ضعیف‌تری برقرار می‌کند. بنابراین پراکنده شدن HA در آن کمتر است و آگلومره شدن آن بیشتر است. اما در مورد استون و با توجه به شکل فضایی آن می‌توان ادعا کرد که مانعت فضایی اکسیژنی که با کربن پیوند دوگانه دارد امکان برقراری پیوند هیدروژنی میان استون و HA را کم می‌نماید و بنابراین میزان پخش شدگی HA در استون و آگلومره شدن آن بسیار بیشتر است.

که پودر نانوبلورین هیدروکسی آپاتیت در محیط آبی از کمترین و در محیط استون از بیشترین میزان آگلومره شدن برخوردار است. در حقیقت آگلومره شدن کامل ماده در یک محیط در نتیجه نزدیک بودن انرژی بین مولکولی ماده حل‌شونده و ماده حلال نسبت به انرژی پیوند بین مولکولی میان اجزای محلول (آنتالپی انحلال) و قوی بودن انرژی پیوند بین مولکولی ماده حل‌شونده می‌باشد. لازم بذکر است که حلال‌ها به‌طور کلی به دو دسته حلال‌های قطبی و غیر قطبی تقسیم‌بندی می‌شوند. در حلال قطبی، ذرات تشکیل‌دهنده حلال قطبی بوده و یکدیگر را با نیروی جاذبه الکتروستاتیکی جذب می‌نمایند که مهمترین حلال قطبی آب می‌باشد. اما در حلال‌های غیر قطبی، ذرات حلال غیر قطبی بوده و بنابراین تنها نیروی جاذبه ضعیف و اندروالسی بین ذرات وجود دارد، به همین دلیل این حلال‌ها اغلب، دارای نقطه جوش بسیار پایین بوده و فرار هستند. معمولاً حلال‌های آلی نسبت به حلال‌های غیر آلی یا حلال‌های معدنی، قطبیت کمتری دارند زیرا قطبیت اندک بعضی از حلال‌های آلی به دلیل گروه عاملی کشنده یا دهنده الکترونی است که به آنها متصل شده اما باز هم این قطبیت بسیار ناچیز است، بنابراین اتانول نسبت به آب قطبیت کمتری دارد علاوه بر آن اغلب مواد آلی (البته به‌جز اسیدها یا بازهای آلی) غیر الکترولیت هستند از آنجایی که هیدروکسی آپاتیت به دلیل عدم تقارن در شکل و نیز



شکل (۳): تصاویر TEM نانوپودر هیدروکسی آپاتیت در محیط‌های آبی متفاوت، الف و ب) آب، پ و ت) اتانول، ث و ج) استون.



شکل (۴): تغییرات جرم نمونه پودر هیدروکسی آپاتیت که به مدت زمان ۱۸۰ دقیقه در دمای 23°C قرار گرفته است.

جدول (۲): اطلاعات مربوط به آزمون TGA.

درصد کاهش وزن (mg)	حداکثر کاهش وزن (mg)	وزن اولیه (mg)	دمای نگهداری شده ($^{\circ}\text{C}$)
۴/۳۸	۰/۱۱	۲/۵۱	دمای اتاق
۳/۲۷	۰/۰۹	۲/۵۹	-۲۳
۴/۶۰	۰/۱۲	۲/۶۰	۱۶۰

درصد می باشد که می تواند ناشی از دی هیدراسیون و همچنین خروج گازهایی مانند دی اکسید کربن باشد. اگر چه نمونه ای که در دمای 160°C درجه سانتی گراد قرار گرفته است تا حدودی درصد تغییرات وزنی بیشتری نسبت به دمای 23°C درجه سانتی گراد دارد، در حالی که تفاوت چندانی نسبت به دمای اتاق در آن مشاهده نمی شود و این بدین معنی است که نگهداشتن ماده جهت استریل در دستگاه فور جهت استریل کردن مشکل خاصی بوجود نمی آورد.

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق رفتار حرارتی نانوهیدروکسی آپاتیت تولید شده با استفاده از دو ماده اولیه اسید ارتوفوسفریک و محلول آبی هیدروکسید کلسیم مورد بررسی قرار گرفت. نتایج بدست آمده از آزمون پراش پرتو ایکس و همچنین بررسی توسط

۳-۳- تحلیل وزن سنجی حرارتی (TGA)

تحلیل وزن سنجی حرارتی در $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ از دمای اتاق تا 800°C درجه سانتی گراد انجام شد و نتایج حاصله حاکی از این است که پودر تولید شده حتی تا دمای 800°C درجه سانتی گراد نیز نسبتاً پایدار مانده است. شکل (۴) تغییرات جرم بر حسب دمای یکی از نمونه های هیدروکسی آپاتیت که به مدت زمان ۱۸۰ دقیقه در دمای 23°C درجه سانتی گراد قرار گرفته است را نمایش می دهد. تغییرات جرم بر حسب دمای نمونه های پودر هیدروکسی آپاتیت که به مدت زمان مشخص در دمای 160°C درجه سانتی گراد و دمای اتاق قرار گرفته بودند مشابه آنچه که در شکل (۴) آمده است، بدست آمد. جدول (۲) خلاصه این آزمون را نمایش می دهد. در جدول تغییرات وزن نمونه، درصد تغییر وزن در دماهای مختلف آورده شده است. بر اساس این جدول ملاحظه می شود که درصد کاهش وزن برای کلیه نمونه ها کمتر از ۵

- and Method for their Production", United States Patent RE39196.
- [9] S. Kumar Nandi, B. Kundu, S. Kumar Ghosh, D. Kumar De and D. Basu, "Efficacy of Nano-Hydroxyapatite Preparation an Aqueous Solution Combustion Technique in Healing Bone Defects of Goat", Journal of Veterinary Science Vol. 9, No. 2, pp. 183-191, 2008.
- [10] H. Wang, Y. Li, Y. Zuo and J. Li, "Biocompatibility and Osteogenesis of Biomimetic Nano-Hydroxyapatite/Polyamide Composite Scaffold for Bone Tissue Engineering", Biomaterials, Vol. 28, No. 22, pp. 3338-3348, 2007.
- [11] G. Zhou, Y. Li, L. Zhang and J. A. Jansen, "Preparation and Characterization of Nano-Hydroxyapatite/Chitosan/Konjac Glucomannan Composite", Journal of Biomedical Materials Research Part A, Vol. 83, No. 4, pp. 931-939, 2007.
- [12] L. Cerroni, R. Filocamo, M. Fabri, C. Piconi and S. G. Condo, "Growth of Osteoblast-Like Cells on Porous Hydroxyapatite Ceramics: an in Vitro Study", Biomolecular Engineering, Vol. 19, No. 2-6, pp. 119-124, 2002.
- [13] S. M. Zhiao, F. Z. Cui, S. S. Liao, Y. Zhu and L. Han, "Synthesis and Biocompatibility of Porous Nano-Hydroxyapatite/Alginate Composite", Journal of Materials Science: Materials In Medicine, Vol. 14, pp. 641-645, 2003.
- [14] M. A. Rauschmanna, T. A. Wichelhausb, V. Stirnalc, E. Dingeldeinc, L. Zichnera, R. Schnettlerd and V. Altd, "Nanocrystalline Hydroxyapatite and Calcium Sulphate as Biodegradable Composite Carrier Material for Local Delivery of Antibiotics in Bone Infections", Biomaterials Vol. 26, pp. 2677-2684, 2005.

۶- پی نوشت

- 1- Biocompatible
- 2- Bioactive
- 3- Biodegradable
- 4- Osteoconductivity
- 5- Osteoinductivity
- 6- Regeneration
- 7- Zhou
- 8- Yeong
- 9- Media
- 10- Peak Broadening
- 11- Thermal Gravimetry Analysis
- 12- Murugan
- 13- Yovana
- 14- Li
- 15- Zhiao
- 16- Distortion
- 17- Debye-Scherrer Formula
- 18- Williamson-Hall formula
- 19- Agglomeration

میکروسکوپ الکترونی عبوری بیانگر این است که روش رسوبی توانایی تولید پودر نانو هیدروکسی آپاتیت با متوسط اندازه دانه کمتر از ۳۰ نانومتر و ترکیب شیمیایی مشابه استخوان را داراست. نتایج تحلیل وزن سنجی حرارتی صورت گرفته نشان می دهد که درصد کاهش وزن برای کلیه نمونه ها کمتر از ۵ درصد می باشد که می تواند ناشی از دی هیدراسیون و همچنین خروج گازهایی مانند دی اکسید کربن باشد. نتایج آزمون صورت گرفته بر روی نمونه هایی که در شرایط دمایی متفاوت، ۲۳- و ۱۶۰ درجه سانتی گراد قرار گرفته اند، نشان دهنده وابستگی جزئی تخریب به دمای نگهداری می باشد.

۵- مراجع

- [1] K. C. B. Yeong and J. Wang, "Mechanochemical Synthesis of Nanocrystalline Hydroxyapatite from CaO and CaHPO₄", Biomaterials, Vol. 22, No. 20, pp. 2705-2712, 2001.
- [2] R. Murugan and S. Ramakrishna, "Aqueous Mediated Synthesis of Bioresorbable Nanocrystalline hydroxyapatite", Journal of Crystal Growth, Vol. 274, No. 1-2, pp. 209-213, 2005.
- [3] J. J. Chris Arts, N. Verdonschot, B. W. Schreurs and P. Buma, "The Use of a Bioresorbable Nano-Crystalline Hydroxyapatite Paste in Acetabular Bone Impaction Grafting", Biomaterials, Vol. 27, No. 7, pp. 1110-1118, 2006.
- [4] L. Meirelles, A. Arvidsson, M. Andersson, P. Kjellin, T. Albrektsson and A. Wennerberg, "Nano Hydroxyapatite Structure Influence Early Bone Formation", Journal of Biomedical Materials Research Part A, Vol. 87A, No. 2, pp. 299-307, 2008.
- [5] L. Meirelles, T. Albrektsson, P. Kjellin, A. Arvidsson, V. Franke-Stenport, M. Andersson, F. Currie and A. Wennerberg, "Bone Reaction to Nano Hydroxyapatite Modified Titanium Implants in a Gap-Healing Model", Journal of Biomedical Materials Research Part A, Vol. 87A, No. 3, pp. 624-631, 2008.
- [6] A. Yovana, P. Mateus, C. C. Barrias, C. Ribeiro, M. P. Ferraz and J. Monteiro, "Comparative Study of Nanohydroxyapatite Microspheres for Medical Applications", Journal of Biomedical Materials Research Part A, Vol. 86, No. 2, pp. 483-493, 2008.
- [7] J. Li, Y. Chen, Y. Yin, F. Yao and K. Yao, "Modulation of Nano-Hydroxyapatite Size Via Formation on Chitosan-Gelatin Network film", Biomaterial, Vol. 28, pp. 781-790, 2007.
- [8] Y. Jackie, A. Edward and N. Atsushi, "Nanocrystalline Apatites and Composites, Prostheses Incorporating Them