ساخت، مشخصه یابی و ارزیابی فعالیت زیستی نانوبیوسرامیک فورستریت

مهشید خرازیها* و محمدحسین فتحی**

گروه بیومواد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله: ۱۳۸۸/۷/۲۴– دریافت نسخه نهایی: ۱۳۸۹/۱/۱۱)

چکیده – در این تحقیق، نانوپودر فورستریت با استفاده از روش آلیاژ سازي مکانیکي و عملیات حرارتي بعدي ساخته شد. ارزیابي فعالیت زیستي پودر حاصله، در محلول شبیه‌سازي شده بدن انجام شد. قطعه چگال فورستریت نانومتري با استفاده از فرایند تف جوشي دو مرحله‌اي ساخته شد. نتایج نشان مي‌دهد که نانوپودر فورستریت با اندازه ذرات ۲۵-۶۰ نانومتر ایجاد شد. بعد از غوطه‌وري در محلول شبیه‌سازي شده بدن، رشد فاز آپاتیت در سطح مشاهده شد که نشان دهنده زیست فعالي نانوپودر فورستریت است. قطعه چگال فورستریت نانومتري با سختي ۹۴۰ ویکرز و چقرمگي شکست ۳٫۶۱ $MPa.m^{1/2}$ ایجاد شد. نتایج نشان مي‌دهد که سرامیك نانوساختار فورستریت زیست فعالي، زیست سازگاري و خواص مکانیکي خوبي دارد و بنابراین مي‌تواند براي کاشتنیهاي ارتوپدي و دنداني مناسب باشد.

واژگان کلیدی : **نانوپودر فورستریت، آلیاژ سازي مکانیکي، زیست فعالي، تف جوشي دو مرحله‌اي**

Synthesis, characterization and evaluation of forsterite nano bioceramic bioactivity

M .Kharaziha, M.H. Fathi

Biomaterials Group, Department of materials engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan,

Abstract: ***In this study, forsterite nanopowder was prepared by mechanical alloying and post-heat treatment method. Bioactive properties of forsterite nanopowder were studied by immersing the powder in the SBF. Nanostructure forsterite bulk dense form was prepared by the two step sintering method. It was found that pure forsterite nanopowder with 25-60nm particle size was produced. The results of soaking of forsterite nanopowder in the SBF showed that forsterite nanopowder is bioactive. Also, forsterite dense bulk with the optimal hardness of 940 Hv and fracture toughness of 3.61 $MPa.m^{1/2}$ was produced. These findings suggest that forsterite nanostructure ceramics possess good biocompatibility, bioactivity and mechanical properties and could be suitable for orthopedic and dental implant materials.***

Keywords: ***Forsterite nanopowder; Mechanical alloying; Bioactivity; Two step sintering.***

---

* – دانشجوی دکتری ** – استاد

۱- مقدمه

در دهه‌های اخیر، مواد زیست سازگار مختلفی برای کاربرد در جایگزینی بافتهای سخت و ترمیم آنها توسعه یافته‌اند[۱-۳]. فورستریت با فرمول شیمیایی Mg_2SiO_4 یکی از سرامیکهای مهم است که به گروه الوینها تعلق دارد[۴]. بررسیهای اخیر نشان می‌دهد که فورستریت می‌تواند به عنوان یک بیوسرامیک کاربرد داشته باشد. در این زمینه، سیو[۱] [۵] نشان داد که فورستریت درشت دانه در محیط بدن زیست سازگار است و بنابراین می‌تواند برای ترمیم بافتهای استخوان مناسب باشد. با این وجود، نتایج آزمون بررسی زیست فعالی نشان می‌دهد که فورستریت درشت دانه زیست فعال نیست و بنابراین قابلیت اتصال با بافت استخوانی را ندارد[۵]. همچنین با مقایسه خواص مکانیکی فورستریت با سرامیکهای کلسیم فسفاتی مانند هیدروکسی آپاتیت، مشاهده شد که فورستریت خواص مکانیکی بهتری نسبت به هیدروکسی آپاتیت دارد و بنابراین در صورتی که از نظر زیست سازگاری بتواند خواصی در حد هیدروکسی آپاتیت داشته باشد، می‌تواند در مواردی که در آن کاربرد هیدروکسی آپاتیت محدودیت دارد، به‌کار رود[۵]. در تحقیقات انجام شده توسط وبستر[۲] و همکاران افزایش عملکرد سلولهای استخوان‌ساز بر روی بیوسرامیکهای نانوساختار بررسی شد[۶-۸]. در مقایسه با بیوسرامیکهای سنتی، در مورد آلومینا، تیتانیا و هیدروکسی آپاتیت نانومتری، چسبندگی سلولهای استخوان‌ساز، زیست سازگاری و زیست فعالی افزایش می‌یابد[۹-۱۲]. بنابراین با کاهش ابعاد ذرات در حدود نانومتری، امکان القای خاصیت زیست فعالی وجود دارد.

ارزیابی خواص فیزیکی، مکانیکی و کاربرد مواد نانوکریستال، نیاز به استفاده از روشهای مفید برای تولید قطعه از پودر تولیدی دارد. برای تهیه قطعات چگال نانوکریستال در عین آنکه بایستی محصولی متراکم و عاری از تخلخل ایجاد شود، بایستی از رشد دانه در حین فرایند تف جوشی جلوگیری شود. نقطه ذوب فورستریت حدود ۱۸۹۰ درجه سانتی‌گراد است. دمای بالای ذوب سبب افزایش دمای تف جوشی فورستریت تا حدود ۱۴۰۰-۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد می‌شود[۵]. این مسئله سبب کاهش خواص مطلوب فورستریت می‌شود.

روشهای زیادی برای کاهش دمای تف جوشی و بهبود خواص سرامیک فورستریت انجام شده است. مواد ریزدانه، پایداری دانه‌ای خود را تا یک دمای ثابتی حفظ می‌کنند و به دنبال آن، رشد دانه قابل توجهی در آنها رخ می‌دهد. به منظور کاهش رشد دانه که در مراحل نهایی فرایند تف جوشی ایجاد می‌شود، روشهای مختلفی وجود دارد. فرایند تف جوشی دو مرحله‌ای یکی از روشهای موثر برای متوقف کردن فرایند رشد دانه است. در فرایندهای دو مرحله‌ای، نمونه ابتدا تا دمای اولیه بالا گرم شده و سپس در دماهای پایینتر در مدت زمانهای مختلف تحت تف جوشی قرار می‌گیرد تا به ساختاری با فشردگی کامل برسد. در حین مرحله دوم، چگالی بهبود می‌یابد بدون اینکه رشد دانه رخ دهد[۱۳].

در این تحقیق، اثر آلیاژ سازی مکانیکی و عملیات حرارتی متعاقب آن برای رسیدن به نانوپودر فورستریت بررسی شد و رفتار زیست فعالی نانوپودر تولیدی از طریق غوطه وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن انجام شد. همچنین قطعه چگال فورستریت با استفاده از فرایند تف جوشی دو مرحله‌ای ساخته شد.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- ساخت نانوپودر فورستریت

در این تحقیق از پودرهای کربنات منیزیم واکسید سیلیسیم آمورف استفاده شد. نسبت مواد اولیه متناسب با نسبت مولی اکسید منیزیم به اکسید سیلیسیم در ساختار فورستریت انتخاب شد. پس از توزین، پودرها تحت آلیاژ سازی مکانیکی با آسیاب گلوله‌ای سیاره‌ای با انرژی بالا و با سرعت ۳۰۰ دور در دقیقه قرار گرفتند. گلوله‌ها و محفظه آسیاب از زیرکونیا انتخاب شد. نسبت وزنی گلوله به پودر ۱:۲۵ و مدت زمان آسیاب ۱۰ ساعت، انتخاب شد. بعد از آلیاژسازی مکانیکی، برای رسیدن

به ساختار فورستریت، از عملیات حرارتی استفاده شد. به منظور تعیین دمای بهینه، پودر حاصله در دماهای مختلف بین ۸۰۰-۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد(با فواصل ۱۰۰ درجه) به مدت ۶۰ دقیقه عملیات حرارتی شد.

۲- ۲- مشخصه یابی پودر فورستریت

ترکیب فازی به دست آمده به وسیله پراش پرتو ایکس[۳] (XRD)(Philips X'Pert MPD diffractometer)دارای لامپ CuKα با ولتاژ ۴۰ کیلوولت و جریان ۱۰۰میلی آمپر و سرعت روبش ۰٫۰۵ °/s ارزیابی شد. با استفاده از الگوی پراش پرتو ایکس، اندازه دانه‌های پودر فورستریت با استفاده از روش ویلیامسون-هال[۴] [۱۴] تعیین شد. اندازه و مورفولوژی ذرات پودر ساخته شده به کمک میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)((Leo 912AB) بررسی شد.

۲- ۳- ارزیابی فعالیت زیستی نانو فورستریت

آزمونهای آزمایشگاهی[۶] در محلول شبیه‌سازی شده بدن[۷] بر اساس محلول شبیه‌سازی بدن که کوکوبو آن را ارائه کرد [۱۵] در محیط با pH=۷٫۴ وبا نسبت پودر به محلول ۰٫۵ میلی گرم بر میلی لیتر در حمام بخار آب با دمای ۳۷ درجه سانتی‌گراد انجام شد. نمونه‌های تولیدی در محلول شبیه‌سازی شده بدن در دمای ۳۷ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱ تا ۴ هفته قرار داده شد. به کمک طیف سنجی جذب اتمی[۸] (AAS) (3030) تغییر غلظت یونهای کلسیم و منیزیم و با استفاده از اسپکتروفتومتر[۹]، غلظت یون فسفر در محیط شبیه‌سازی شده بدن، به عنوان معیاری از زیست فعالی پودر تولیدی، تعیین شد. از تکنیک طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه[۱۰] (FTIR) ((Bomem, MB 100) برای تعیین گروه‌های عاملی پودر غوطه ور شده در محلول شبیه‌سازی شده بدن استفاده شد. از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و تحلیل عنصری با تفکیک انرژی پرتو ایکس[۱۱] (EDX) (S360, Cambridge) به منظور مشاهده و تحلیل رسوبات تشکیل شده در سطح پودر، استفاده شد.

۲- ۴- ساخت قطعه چگال فورستریت

با توجه به آنکه پودرهای ساخته شده تا حدودی کلوخه-ای‌اند، پیش از تهیه قطعه چگال به منظور شکستن کلوخه‌های ایجاد شده، نانوپودرهای فورستریت تهیه شده به مدت یک ساعت تحت آسیاکاری مکانیکی قرار گرفتند. به منظور تهیه قطعه چگال فورستریت از فرایند تف جوشی دو مرحله‌ای استفاده شد. به این منظور ابتدا نانوپودر فورستریت با شش درصد وزنی از محلول پلی وینیل الکل به طور مکانیکی مخلوط شد. و عملیات متراکم سازی تحت بار ۵۵۰ مگاپاسکال در قالبی با سطح مقطع دایره (با قطر ۱۲ میلی متر) انجام شد. عملیات حرارتی در کوره مقاومتی در طی سه مرحله انجام گرفت:

۱- گرم کردن با سرعت ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه تا دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد و حرارت‌دهی به مدت یک ساعت در این دما (به منظور خروج چسب).

۲- گرم کردن با سرعت ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه از ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد تا دمای T_1 و نگهداری به مدت ۶ دقیقه در این دما.

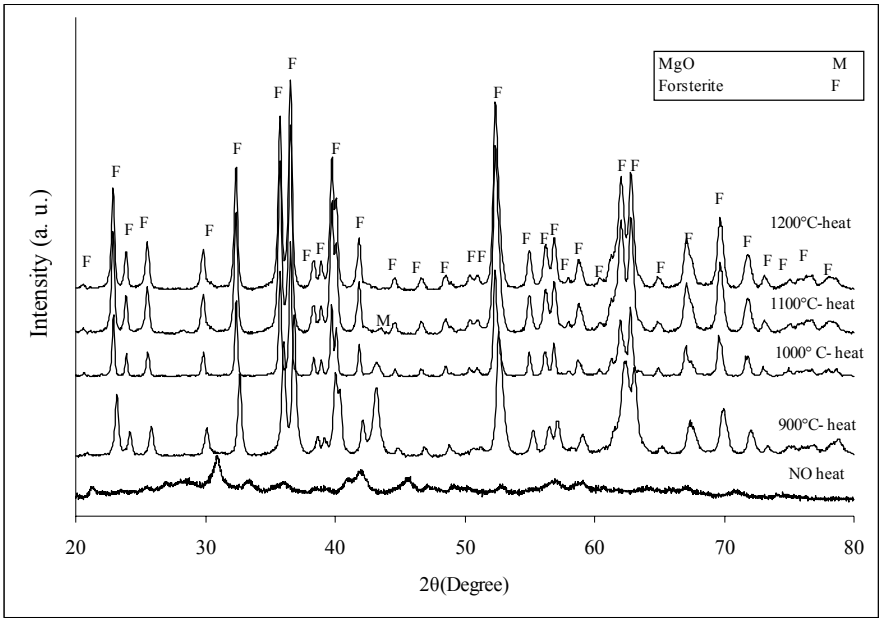
۳- سرد کردن با سرعت ۵۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه تا دمای T_2 و نگهداری به مدت۲-۱۵ ساعت در این دما.

۴- سرد کردن با سرعت ۱۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه تا دمای محیط.

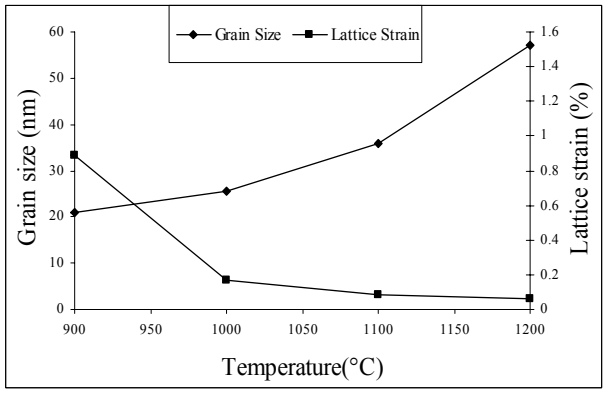
دمای T_1 ، دمای بیشینه عملیات تف جوشی است. به منظور جلوگیری از رشد دانه، مدت زمان این مرحله کوتاه انتخاب شده است. دمای T_1 از دمای ۹۰۰ تا ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد انتخاب شد. دمای T_2 دمایی است که تف جوشی در آن کامل می‌شود. این دما حدود ۷۵۰ و ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد انتخاب شد.

۲- ۵- مشخصه یابی قطعه چگال فورستریت

قابلیت تف جوشی قطعات ایجاد شده از طریق تعیین چگالی با استفاده از روش ارشمیدس ارزیابی شد. به منظور بررسی مورفولوژی قطعات تهیه شده، از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. میکروسختی قطعات با استفاده از روش سختی سنجی ویکرز با استفاده از بار ۹٫۸ نیوتن تعیین شد. به



شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس پودر آلیاژ سازی مکانیکی شده به مدت ۱۰ ساعت و عملیات حرارتی شده به مدت یک ساعت.



شکل ۲- نمودار تغییرات اندازه دانه و کرنش شبکه فورستریت تهیه شده بعد از ۱۰ ساعت آلیاژ سازی مکانیکی و عملیات حرارتی.

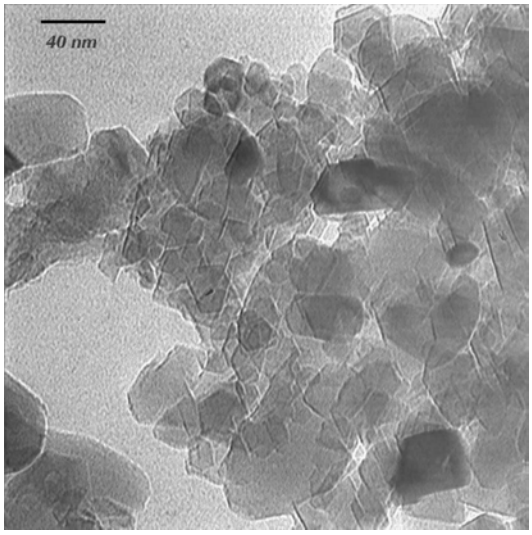
منظور تعیین چقرمگی شکست، از روش اندازه گیری طول ترک ایجاد شده با فرورونده دستگاه سختی سنج تعیین شد. به این منظور از فرمول نیهارا[۱۲] و همکارانش برای تعیین چقرمگی شکست استفاده شد[۱۶].

۳- یافته‌ها و بحث

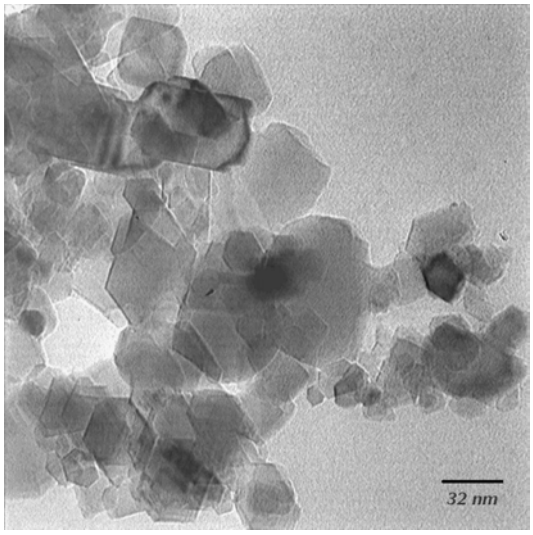
۳- ۱- ترکیب فازی و اندازه دانه‌های پودر فورستریت

الگوهای پراش پرتو ایکس پودر حاصل از ۱۰ ساعت آلیاژسازی مکانیکی قبل و بعد از یک ساعت عملیات حرارتی در دماهای مختلف در شکل (۱) نشان داده شده است. با عملیات حرارتی در ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد فاز فورستریت تشکیل می‌شود. علاوه بر فاز فورستریت، فاز اکسید منیزیم نیز در محصول مشاهده می‌شود. حضور اکسید منیزیم در ساختار با توجه به نسبت استوکیومتری فورستریت نشان دهنده این واقعیت است که علی رغم انجام فعال سازی مکانیکی به مدت ۱۰ ساعت، واکنشها به طور کامل پیش نرفته است. عدم حضور فاز انستاتیت در این دما، نشان می‌دهد که اکسید سیلیسیم آمورف در ساختار به صورت واکنش نکرده باقی مانده است. با افزایش دمای عملیات حرارتی شدت پیک اکسید منیزیم کاهش می‌یابد به گونه‌ای که با ادامه عملیات حرارتی تا ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد، واکنش کامل می‌شود.

تغییرات اندازه دانه و میزان کرنش باقی مانده در پودر فورستریت آلیاژ سازی مکانیکی شده به مدت ۱۰ ساعت و عملیات حرارتی شده در دماهای مختلف به مدت یک ساعت در شکل (۲) نمایش داده شده است. عملیات حرارتی سبب کاهش کرنش داخلی ایجاد شده و افزایش اندازه دانه‌ها می‌شود. با توجه به این که فورستریت در حین عملیات حرارتی ایجاد

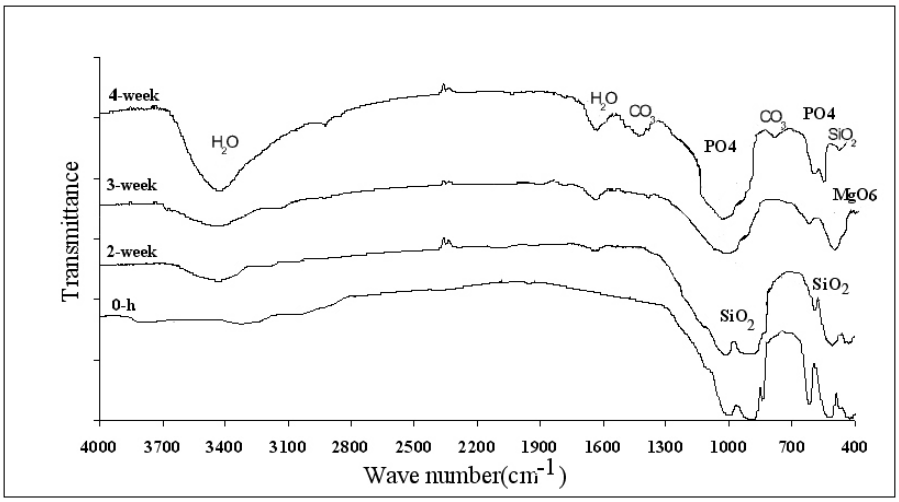


(الف)



(ب)

شکل ۳- تصاویر حاصل از آزمون میکروسکوپی الکترونی عبوری فورستریت در دو بزرگنمایی مختلف.



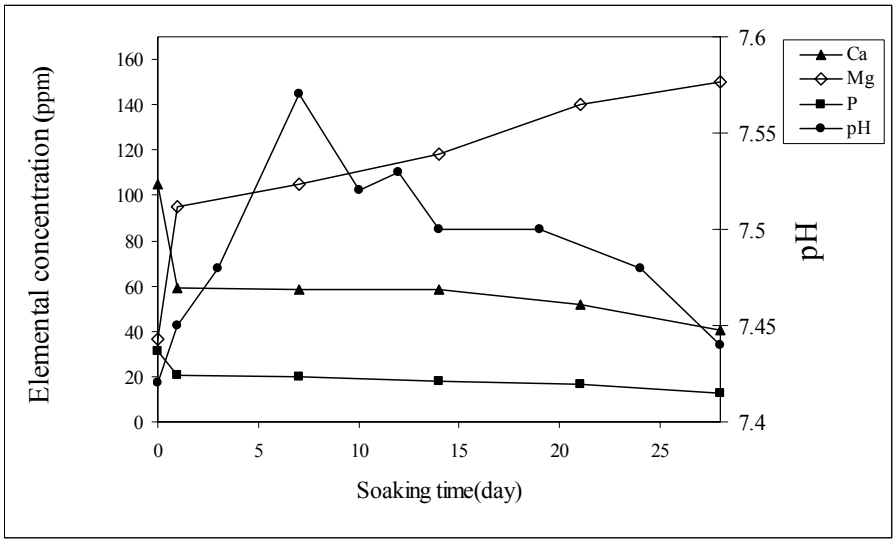
شکل ۴- طیف حاصل از طیف سنجی مادون قرمز نانوپودر فورستریت بعد از زمانهای ۰-۲۸ روز غوطه وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن.

شده است، فرصت کافی برای رشد دانه ندارد. بنابراین، نرخ رشد دانه با افزایش دمای عملیات حرارتی به آرامی رخ می‌دهد تا به حدود ۵۶ نانومتر بعد از عملیات حرارتی در ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد برسد.

تصاویر تهیه شده با میکروسکوپ الکترونی عبوری پودر فورستریت تهیه شده در شکل (۳) نشان داده شده است. ذرات فورستریت تولیدی دارای مورفولوژی گوشه‌دار با سطح مقطع مربعی‌اند. این نوع مورفولوژی نشان دهنده رشد نایکنواخت در جهات مختلف است. عموماً این ساختار در اغلب مواد به‌دست آمده به روش آلیاژ سازی مکانیکی مشاهده می‌شود. همچنین اندازه ذرات در این روش در محدوده وسیعی توزیع شده‌اند. اندازه ذرات نانو پودر فورستریت تولیدی در حدود ۲۵ تا ۶۰ نانومتر است.

۳- ۲- ارزیابی زیست فعالی با آزمون آزمایشگاهی

شکل (۴)، طیف مادون قرمز با تبدیل فوریه نانوپودر فورستریت تهیه شده با روش آلیاژ سازی مکانیکی، بعد از زمانهای ۰ تا ۲۸ روز غوطه وری در محلول شبیه‌سازی شده



شکل ۵- نمودار تغییرات یونهای منیزیم، کلسیم و فسفر و pH محلول شبیه‌سازی شده بدن بعد از زمانهای مختلف غوطه‌وری نانوپودر فورستریت.

بدن را نشان می‌دهد. پیش از غوطه‌وری، طیف به دست آمده برای نانوپودر فورستریت، پیکهای جذبی مخصوص فورستریت خالص استوکیومتری را نشان می‌دهد[۱۷]. پیکهای مشاهده شده در cm^{-1} ۸۳۸، cm^{-1} ۸۷۳، cm^{-1} ۹۶۰ ، گستره cm^{-1} ۱۰۰۷ cm^{-1} ۵۰۷ و cm^{-1} ۶۱۶ متعلق به گروههای SiO_4 بوده و پیک مشاهده شده در ناحیه cm^{-1} ۴۷۵ متعلق به MgO_6 اکتاهدارال است. کلیه این پیکها به عنوان پیکهای مشخصه فورستریت، در سایر تحقیقات نیز مشاهده شده است[۱۷].

بعد از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن، علاوه بر پیکهای مشخصه فورستریت که با افزایش زمان غوطه‌وری ضعیفتر می‌شوند، تشکیل باندهای O-H، C-O و P-O مشاهده می‌شودکه با افزایش زمان غوطه‌وری، باندهای جذب آنها قویتر می‌شود. پیکهای مشاهده شده در cm^{-1} ۱۶۲۱ و گستره cm^{-1} ۳۵۰۰ متعلق به گروههای هیدروکسیل (OH) هستند. علاوه بر باندهای ذکر شده، گروه هیدروکسیل دارای پیکهایی در cm^{-1} ۴۷۴و cm^{-1} ۶۳۲ نیز هست که به دلیل تداخل با پیکهای گروههای SiO_4 و MgO_6 فورستریت، تشخیص‌پذیر نیست. پیکهای cm^{-1} ۱۴۲۰ و cm^{-1} ۱۴۶۲ متعلق به گروههای کربناتی ساختار آپاتیت تشکیل شده، است. همچنین، پیک cm^{-1} ۸۷۲ متعلق به گروه کربناتی است که در زمانهای بالاتر غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن ظاهر می‌شود. هیدروکسی آپاتیت بیولوژیک حاوی گروههای کربناتی است و با عنوان کربنات هیدروکسی آپاتیت بیولوژیک نیز خوانده می‌شود. همچنین پیکهای مربوط به گروه فسفات در ناحیه cm^{-1} ۵۷۴، cm^{-1} ۶۰۳ و cm^{-1} ۱۰۳۰-۱۰۹۰ قرار دارند. این سه پیک، پیکهای مشخصه هیدروکسی آپاتیت‌اند.

شکل (۵) نتایج آزمون طیف سنجی جذب اتمی (AAS)، برای تعیین غلظت یونهای منیزیم و کلسیم و آزمون اسپکتروفتومتری برای تعیین غلظت یون فسفر در محلول شبیه‌سازی شده بدن را در زمانهای مختلف غوطه‌وری نشان می‌دهد. همچنین تغییرات مقدار pH محلول در محدوده زمانی ذکر شده مشاهده می‌شود. رهایش یونهای منیزیم از فورستریت و کاهش یونهای کلسیم و فسفر محلول شبیه‌سازی شده بدن، نتیجه کلی حاصل از غوطه‌وری نانوپودر فورستریت در محلول شبیه‌سازی شده بدن است. نتایج نشان داد که غلظت یونها و pH محلول در روز اول تعیین غلظتها، بیشترین تغییرات را داشته است. به گونه‌ای که غلظت یون منیزیم از ۳۶٫۷PPM به حدود ۸۴٫۰ PPM رسید و غلظت کلسیم از۱۰۵٫۲ PPM به کمتر از ۶۲٫۸ PPM رسید. این تغییرات نشان دهنده آزاد شدن یونهای منیزیم از نانوپودر فورستریت و رسوب یونهای فسفر و

کلسیم بر سطح نانوپودر فورستریت است.

نتایج نشان می‌دهد که نحوه تغییر غلظت یونها و pH محلول شبیه‌سازی شده بدن، مشابهت زیادی با تغییرات آنها در آزمون بررسی زیست فعالی ترکیبات سیستم سه تایی $CaO-MgO-SiO_2$ دارد[۱۸-۲۰]. با غوطه‌وری نانوپودر فورستریت در محلول شبیه‌سازی شده بدن، جابه‌جایی یونی بین یونهای منیزیم پودرفورستریت و یونهای H^+ موجود در محلول سبب افزایش میزان pH محلول می‌شود. همچنین به دلیل شکستن پیوندهای -Si-O-Si- در محیط آبی، گروههای سیلانول($Si-OH^-$) در سطح پودر تشکیل می‌شود، (رابطه ۱).

$$Si-O-Mg^{2+} + H^+ + OH^- \rightarrow Si-OH^- + Mg^{2+} + OH^- \quad \text{(درمحلول)} \qquad (۱)$$

با افزایش زمان غوطه وری، به دلیل بار منفی سطح، یونهای کلسیم موجود در محلول به فصل مشترک پودر فورستریت با محلول حمله کرده و سبب کاهش pH محلول و ایجاد بار مثبت در سطح می‌شود. در ادامه، یونهای فسفات با بار منفی به دلیل بار مثبت سطح، به آن وارد شده و لایه کلسیم فسفات آمورف در سطح تشکیل می‌شود. ادامه زمان غوطه‌وری منجر به ایجاد شرایط پایدار ترمودینامیکی شده و نتیجه آن تشکیل فاز پایدارکربنات هیدروکسی آپاتیت در سطح است.

شکل (۶) تغییرات مورفولوژی و تحلیل عنصری سطح نانوپودر فورستریت نانومتری را بعد از زمانهای مختلف غوطه وری نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، بعد از یک روز غوطه‌وری، اگرچه تحلیل عنصری به طور جزیی حضور عنصر کلسیم را نشان می‌دهد، ولی بر اساس این تصاویر، رسوبی مبتنی بر تشکیل هیدروکسی کربنات آپاتیت در سطح مشاهده نمی‌شود. با افزایش زمان غوطه‌وری، شدت پیکهای سیلیسیم و منیزیم در تحلیل عنصری کاهش و پیکهای کلسیم و فسفر افزایش می‌یابند، به طوری که بعد از ۲۸ روز غوطه وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن، شدت پیک کلسیم بیشتر از سیلیسیم شده است.

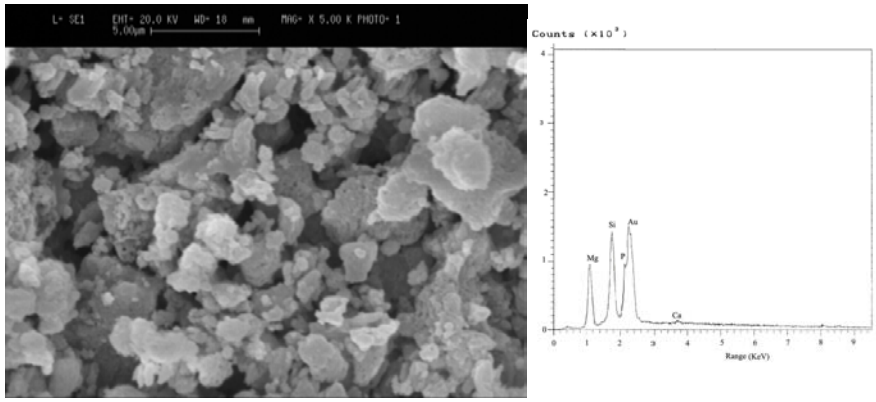
تصاویر تهیه شده با میکروسکوپ الکترونی روبشی، رشد رسوبات کلسیم فسفاتی را در زمانهای ۱۴ تا ۲۸ روز غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن نشان می‌دهد. بعد از ۱۴ روز غوطه وری، رسوبهای کلسیم فسفات به صورت گندله‌های گل کلمی در سطح مشاهده می‌شود. تحلیل عنصری انجام شده، نشان دهنده حضور عناصر کلسیم و فسفر در این گندله‌هاست. با افزایش زمان غوطه‌وری، چگالی این گندله‌ها در سطح افزایش می‌یابد به گونه‌ای که بعد از ۲۸ روز، سطحی با فشردگی بالایی از آنها ایجاد می‌شود.

نتایج به‌دست آمده با سایر آزمونهای انجام شده مانند آزمون تعیین غلظت یونهای محلول شبیه‌سازی شده بدن، آزمون طیف سنجی مادون قرمز و تغییرات pH محلول در زمانهای مختلف غوطه وری، انطباق دارد.

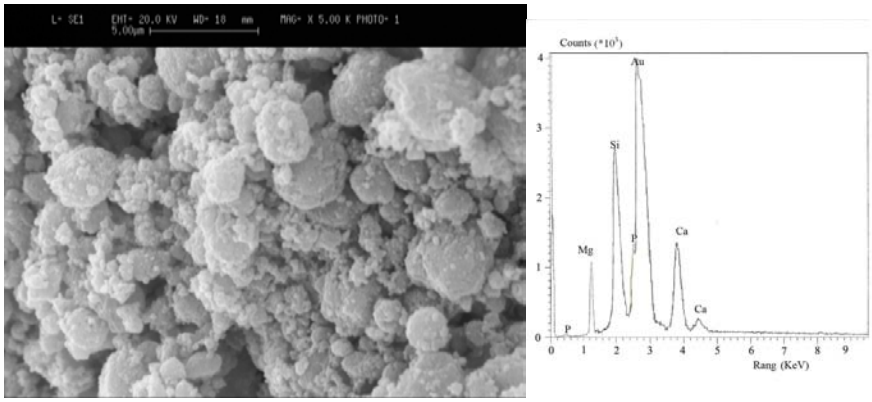
طی آزمونهای انجام شده بر روی سرامیک فورستریت با اندازه دانه‌های میکرونی، هیچ تغییری در غلظت یونها و pH فورستریت حتی بعد از ۴ هفته غوطه‌وری، مشاهده نشد[۵]. تفاوت در قابلیت تبادل یونی با محلول شبیه‌سازی شده بدن، بین فورستریت با اندازه دانه میکرونی و نانوپودر فورستریت، مربوط به طبیعت ساختار نانوست. نسبت سطح به حجم بالاتر نانوپودر فورستریت سبب کاهش پایداری سطحی و افزایش انرژی سطحی می‌شود که نتیجه آن افزایش تمایل به انحلال است و به دنبال آن کاهش غلظت کلسیم در محلول و افزایش شدید pH سیستم شد.

۳- ۳- مشخصه‌یابی قطعه نانو سرامیک فورستریت

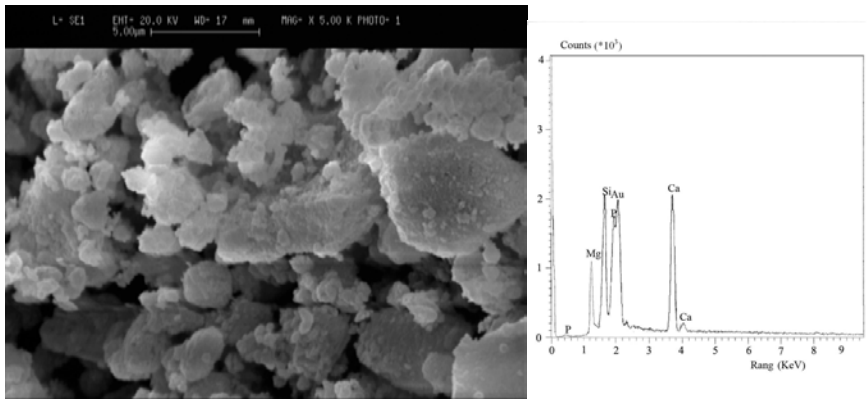
تغییرات در چگالی قطعات فورستریت تهیه شده در شکل (۷) نشان داده شده است. با افزایش دمای تف جوشی مرحله اول، چگالی بعد از یک مرحله تقریباً بدون تغییر، افزایش می‌یابد تا به یک مقدار بیشینه برسد. در این حالت چگالی ثابت می‌ماند. در کلیه این نمودارها این رفتار قابل مشاهده است. چگالی نمونه‌ها بعد از قرارگیری در مرحله اول و بدون نگهداری در مرحله دوم (نمودار 0h) نشان می‌دهد که با افزایش دمای مرحله اول فرایند تف جوشی، چگالی افزایش می‌یابد. بیشینه مقدار چگالی به‌دست آمده در این حالت حدود ۸۵



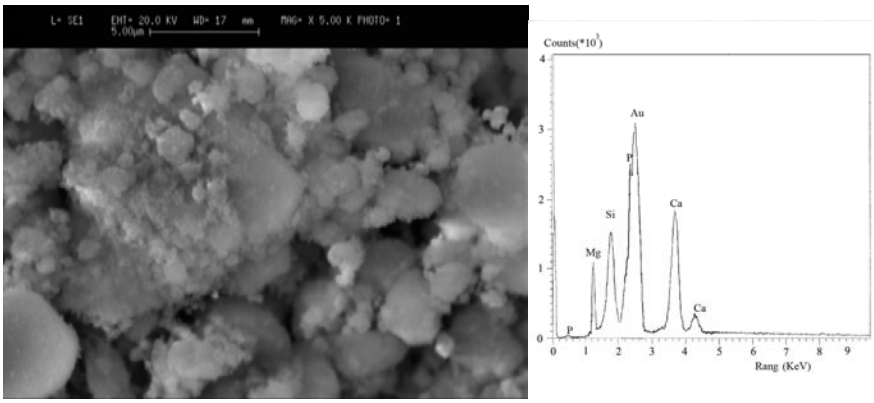
(الف)



(ب)

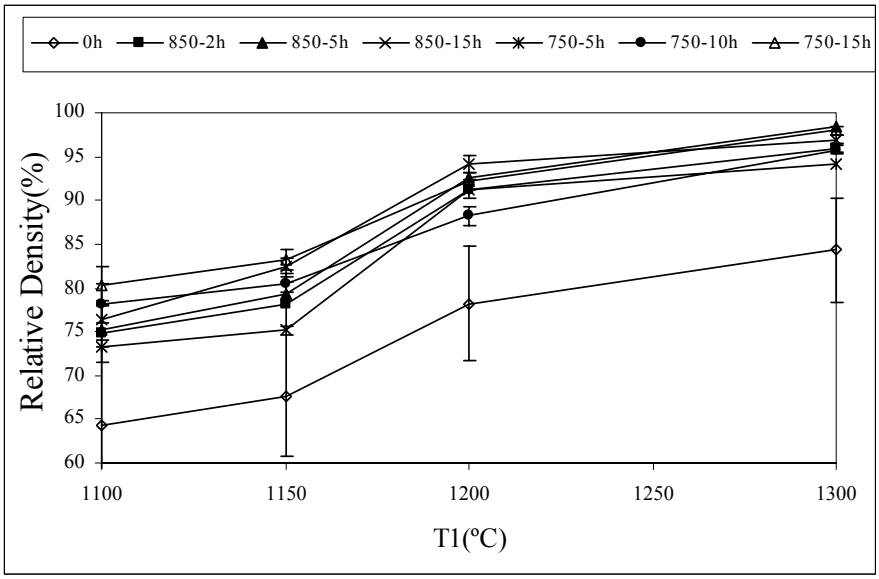


(ج)



(د)

شکل ۶- مورفولوژی و تحلیل عنصری با تفکیک انرژی پرتو ایکس نانوپودرفورستریت بعد از زمانهای؛ الف)یک روز، ب)دو هفته، ج)سه هفته و د)چهار هفته غوطه وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن.



شکل ۷- تغییرات چگالی بر حسب دمای مرحله اول فرایند تف جوشی قطعه فورستریت

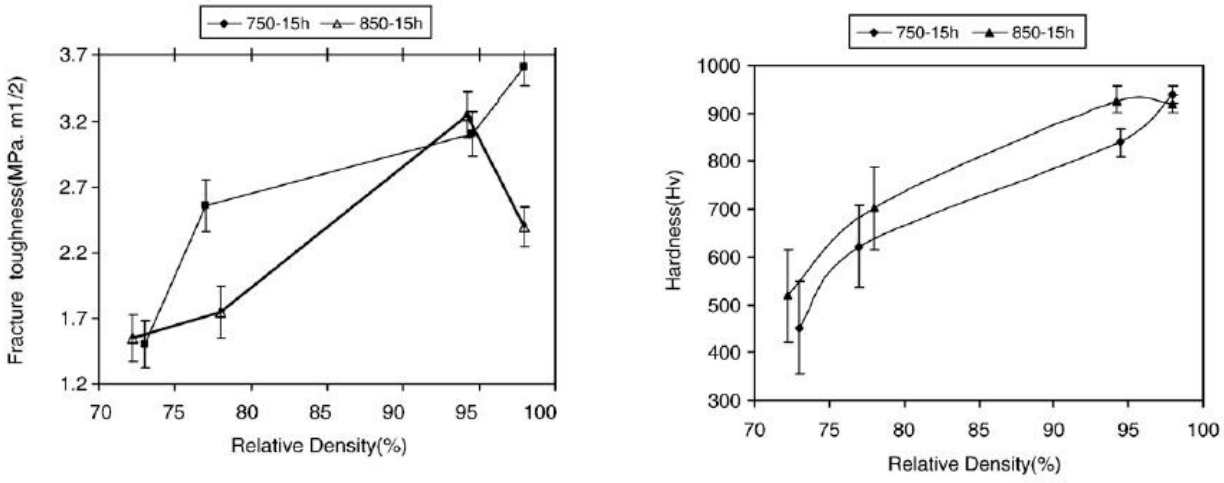
درصد چگالی نظری است. در دمای کمتر از ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد، با افزایش دما و زمان مرحله دوم فرایند تف جوشی، تغییر قابل توجهی در چگالی رخ نمی‌دهد. با افزایش دمای عملیات تف جوشی مرحله اول، علاوه بر افزایش چگالی نسبت به دماهای پایینتر، چگالی افزاش می‌یابد به گونه‌ای که به بیشینه مقدار ۹۸٫۱±۰٫۲۲ درصد چگالی نظری در ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد می‌رسد.

بر اساس نتایج به نظر می‌رسد که به منظور رسیدن به حد بالایی از چگالی، بایستی دمای مرحله اول فرایند تف‌جوشی بالاتر از یک دمای بحرانی باشد. به گونه‌ای که در دمای کمتر از آن دمای بحرانی، با افزایش دما و زمان مرحله دوم تف جوشی، چگالی حاصله تغییر چندانی نمی‌کند. بر اساس نتایج، چگالی بحرانی که سبب می‌شود در پایان مرحله اول، حفرات ناپایدار شود حدود ۸۳٫۲±۱٫۳ درصد چگالی نظری است.

عامل جلوگیری از مهاجرت مرزدانه‌ها، نقاط و خطوط تقاطع سه گانه است. این عوامل، نقش کلیدی در جابه‌جایی مرزدانه‌ها دارند به گونه‌ای که با ممانعت از مهاجرت مرزدانه‌ها، از رشد دانه جلوگیری می‌کنند. رشد دانه نتیجه رقابت بین مهاجرت مرزدانه‌ها و حرکت تقاطعهاست. از آنجایی که عامل دوم کمتر در دماهای پایین رخ می‌دهد بنابراین حرکت مرزدانه‌ها کمتر رخ داده و تقریباً غیرقابل حرکت کردن است. بنابراین از رشد دانه جلوگیری می‌شود [۲۱].

بر اساس نظریه ارائه شده در بالا، دمای مرحله اول ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد و دمای مرحله دوم ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد و مدت زمان نگهداری ۱۵ ساعت در این دما، بهترین شرایط برای ایجاد قطعه چگال فورستریت ریزدانه است. تحت این شرایط، اندازه دانه‌های فورستریت با استفاده از روش شرر محاسبه شد و حدود ۶۵ تا ۷۰ نانومتر تخمین زده شد.

شکل (۸) تغییرات چقرمگی شکست و سختی قطعه چگال فورستریت را بر حسب چگالی محاسبه شده در شرایط مختلف آزمون نشان می‌دهد. تغییرات این دو عامل به موازات تغییرات چگالی حرکت می‌کند. انحراف از معیار این دو کمیت نیز در تبیین کاملتر روند موثر است. تحت رژیم گرمایی (۱۵ ساعت در ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد)، چقرمگی شکست و سختی به ترتیب به بیشینه مقدار ۳٫۶۱ ±۰٫۱ $MPa.m^{1/2}$ و ۹۴۰± ۱۰ Hv می‌رسد. کاهش میزان چقرمگی شکست و سختی در چگالیهای بالا به دلیل رشد دانه‌ای است که در حین فرایند تف جوشی به دلیل دمای بالا رخ می‌دهد.



(الف) (ب)

شکل ۸- تغییرات الف) سختی و ب) جقرمگی شکست فورستریت بر حسب تغییرات چگالی نسبی.

۴- نتیجه‌گیری

نانوپودر فورستریت با اندازه ذرات ۲۵ تا ۶۰ نانومتر و اندازه دانه حدود ۵۶ نانومتر با استفاده از ۱۰ ساعت آلیاژ سازی مکانیکی و عملیات حرارتی در ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد ساخته شد. با غوطه وری پودر فورستریت در محلول شبیه‌سازی شده بدن، تشکیل آپاتیت بیولوژیک در سطح آن مشاهده شد که نشان دهنده زیست فعالی فورستریت نانومتری است. همچنین قطعه چگال فورستریت با اندازه دانه ۶۵ تا ۷۰ نانومتر و با سختی و چقرمگی شکست به ترتیب به حدود ۹۴۰ ویکرز و $MPa.m^{1/2}$ ۳٫۶۱ تحت فرایند تف جوشی دو مرحله‌ای ایجاد شد.

واژه نامه

1. Siyu
2. Webstere
3. X-ray diffraction
4. Williamson-Hall
5. scanning electron microscopy
6. in vitro
7. simulated body fluid
8. atomic absorption spectroscopy
9. spectrophotometer
10. fourier transform infra red spectroscopy
11. energy dispersive X-ray
12. Niihara

مراجع

1. Kent, J.N., Quinn, J.H., and Zide, M.F., "Correction of Alveolar Ridge Deficiencies with Non-Resorbable Hydroxyapatite," *J. Am. Dent. Assoc*., Vol. 105, p. 993, 1982.
2. Scheer, P., and Boyne, P.J., "Maintenance of Alveolar Bone Through Implantation of Bone Graft Substitutes in Tooth Extraction Sockets," *J. Am. Dent. Assoc*., Vol. 114, p. 594, 1987.
3. Piatteli, A., Podda, G., and Scarano, A., "Clinical and Histological Results in Alveolar Ridge Enlargement Using Coralline Calcium Carbonate," *Biomaterials*, Vol. 18, p. 623, 1997.
4. Kosanovi, C., Stubicar, N., "Synthesis of a Forsterite Powder by Combined Ball Milling and Thermal Treatment," *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 389, p. 305, 2005.
5. Siyu, N., and Chou, L., "Preparation and Characterization of Forsterite (Mg_2SiO_4) Bioceramics," *Ceramics International*, Vol. 33, p. 83, 2007.
6. Webster, T.J., Siegel, R.W., and Bizios, R., "Enhanced Surface and Mechanical Properties of Nano Phase Ceramics to Achieve Orthopaedic/Dental Implant Efficacy," *Key Engineering Materials*, Vol. 192-5, p. 321, 2001.
7. Hijón, N., Cabañas, M. V., Barba, I. I., García, M. A., and Regí, M. V., "Nanocrystalline Bioactive Apatite Coatings," *Solid State Sciences*, Vol. 8, p. 685, 2006.

8. Webster, T.J., "Specific Proteins Mediate Enhanced Osteoblast Adhesion on Nanophase Ceramics," *J. Biomed Mater Res*, Vol. 51, p. 475, 2000.
9. Webster, T.J., Siegel, R.W., and Bizios, R., "Osteoblast Adhesion on Nanophase Ceramics," Biomaterials, Vol. 20, pp. 1222-1227, 1999.
10. Webster, T.J., Siegel, R.W., and Bizios, R., "Design and Evaluation of Nanophase Alumina for Orthopaedic/Dental Applications," *Nanostructure Mater*, Vol. 12, p. 983, 1999.
11. Webster, T.J., Ergun, C., Doremus, R.H., Siegel, R.W., and Bizios, R., "Enhanced Functions of Osteoclast-Like Cells on Nanophase Ceramics," *Biomaterials*, vol. 22(11), pp. 1327–1333, 2001.
12. Ramila, A., and Vallet-Reg, M., "Static and Dynamic in Vitro Study of a Sol–Gel Glass Bioactivity," *Biomaterials*, Vol. 22, p. 23, 2001.
13. Mazaheri, M., Razavi, Z., and Sadrnezhaad, S.K., "Two-Step Sintering of Titania Nanoceramics Assisted by Anatase-to-Rutile Phase Transformation," *Scripta Mater*., Vol. 59, pp. 139–142, 2008.
14. Williamson. G.K., Hall, W.H., "X-ray Line Broadening From Field Aluminium and Wolfram," *Actamateriall*, Vol. 1, p. 22, 1953.
15. Kokubo, T., Takadama, H., "How Useful is SBF in Predicting in Vivo Bone Bioactivity?," *Biomaterials*, Vol. 27, p. 2907, 2006.
16. Niihara, K., "Indentation Microfracture of *Ceramics* its Application and Problems." *Ceram. Jap.,* Vol. 20, p. 1218, 1985.
17. Tsai, M.T., "Hydrolysis and Condensation of Forsterite Precursor Alkoxides: Modification of the Molecular Gel Structure by Acetic Acid," *J. Non-Crystal Solids*, vol. 298, pp. 116-130, 2002.
18. Chengtie, W.U., Chang, J., Zhai, W., and Ni, S., "A Novel Bioactive Porous Bredigite ($Ca_7MgSi_4O_{16}$) Scaffold with Biomimetic Apatite Layer for Bone Tissue Engineering," *J. Mater. Sci: Mater. Med*., Vol. 18, pp. 857–864, 2007.
19. Silver, I.A., Deas, J., and Erecinska, M., "Interactions of Bioactive Glasses with Osteoblasts in Vitro: Effects of 45S5 Bioglass, and 58S and 77S Bioactive Glasses on Metabolism, Intracellular Ion Concentrations and Cell Viability," *Biomaterials*, Vol. 22, pp. 175–185, 2001.
20. Silver, I.A., El-Ghannam, A., Ducheyne, P., and Shapiro, I.M., "Formation of Surface Reaction Products on Bioactive Glass and Their Effects on the Expression of the Osteoblastic Phenotype and the Deposition of Mineralized Extracellular Matrix," *Biomaterials*, Vol. 18, pp. 295-303, 1997.
21. Mazaheri, M., Haghighatzadeh, M., Zahedi, A.M., and Sadrnezhaad, S.K., "Effect of a Novel Sintering Process on Mechanical Properties of Hydroxyapatite Ceramics," *J. Alloys Compd.*, Vol. 471, pp. 180-184, 2009.