

سنتز و مشخصه‌یابی پوشش ترکیبی اکسید آهن و شیشه زیست‌فعال، پوشش داده شده به روش الکتروفوریک هم‌زمان برای کاربردهای پزشکی

محمدسعید عباسی^۱، عباس بهرامی^{۱*}، افروزالسادات حسینی ابری^۲ و فاطمه یوسف صابر^۲

۱- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان ۸۳۱۱۱-۸۴۱۵۶، ایران

۲- دانشکده علوم و فناوری زیستی، گروه زیست‌شناسی سلولی مولکولی و میکروبیولوژی، دانشگاه اصفهان، اصفهان

۸۱۷۴۶۷۳۴۴۱، ایران

(تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۳/۷؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۷/۱۲)

چکیده: جلوگیری از عفونت و زیست‌فعالی قطعات کاشتنی در بدن یکی از مهم‌ترین مسائل مورد بررسی در پژوهش‌های پزشکی در سال‌های اخیر می‌باشد. در این راستا، محققین پژوهش‌های زیادی را به منظور افزایش زیست‌فعالی قطعات کاشتنی در بدن انجام داده‌اند. افزایش زیست‌فعالی این قطعات به روش‌های مختلفی انجامیده که پوشش‌دهی سطح قطعات یکی از بهترین روش‌های مورد بررسی در این زمینه می‌باشد. در این پژوهش، پوشش‌دهی هم‌زمان نانوذرات اکسید آهن (مگنتیت) به همراه شیشه زیست‌فعال 45S5 بر روی زیرلایه فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶ به روش الکتروفوریک به جهت افزایش زیست‌فعالی و همچنین قابلیت کاربردهای فراگرمایی انجام شد. آنالیز پراش اشعه ایکس، حضور نانوذرات اکسید آهن را در کنار شیشه زیست‌فعال تأیید نمود. از میکروسکوپ الکترونی جهت بررسی سطح پوشش استفاده گردید. در بررسی‌های صورت گرفته با روش‌های زبری سطحی و زاویه ترشوندگی نشان داده شد که زبری سطح پوشش داده شده برابر با $49 \pm 1/2$ میکرومتر و زاویه ترشوندگی این پوشش برابر با ۴۹ درجه می‌باشد. این نتایج نشان داد که پوشش دارای سطحی با زبری متوسط و ویژگی‌های آب‌دوستی می‌باشد که برای زیست‌فعالی از اهمیت بالایی برخوردار است. در ادامه در بررسی خواص مغناطیسی پوشش، ارزیابی مغناطومتري روی نمونه‌های سنتز شده انجام شد که مغناطس اشباع پوشش برابر با $20/2 \text{ emu/g}$ و مقدار پارامتر H_c برابر با ۸۹ گاوس به دست آمد.

واژه‌های کلیدی: پوشش، زیست‌فعال، ذرات مغناطیسی، اکسید آهن، الکتروفوریک، شیشه زیستی.

* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: a.n.bahrami@iut.ac.ir

Synthesis and Characterization of Composite Coating of Iron Oxide and Bioactive Glass, Coated by Electrophoretic co-Deposition Method for Biomedical Applications

M. S. Abbasi¹, A. Bahrami^{1*}, A.S. Hosseini-Abari² and F. Yousef Saber²

1- Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan 84156-83111, Iran
2- Department of Cell and Molecular Biology & Microbiology, Faculty of Biological Science & Technology, University of Isfahan, Isfahan 8174673441, Iran

ABSTRACT

Prevention of infection and bioactivity of implantable parts in the body is one of the most important issues investigated in medical research in recent years. In this regard, researchers have conducted many studies in order to increase the bioactivity of implantable parts in the body. Increasing the bioactivity of these parts has been done in different ways, while coating the surface of the parts is considered as one of the best methods in this field. In this research, simultaneous coating of iron oxide nanoparticles (magnetite) along with 45S5 bioactive glass on AISI 316 stainless steel substrate was deposited by electrophoretic method to increase the bioactivity and the possibility of hyperthermic applications. X-ray diffraction analysis confirmed the presence of both iron oxide nanoparticles and bioactive glass. Electron microscope was employed to study the coating surface. Conducting surface investigations by surface roughness and wetting angle measurements, it was shown that the roughness of the coated surface was $49.2 \pm 1 \mu\text{m}$ and the wetting angle of this coating was obtained to be 49° . The results declared that this coating had a surface with medium roughness and hydrophilic properties, which was of great importance for bioactivity performance. Investigating the magnetic properties of the coating, magnetometric evaluation was performed on the synthesized samples. The saturation magnetization and the H_c parameter values of the coating were obtained to be 20.2 emu/g and 89 Gauss, respectively.

Keywords: Coating, Bio-active, Magnetic particles, Iron oxide; Electrophoretic, Bioglass.

۱- مقدمه

حالت، احتمال ایجاد التهاب و عفونت در بدن وجود دارد که در نهایت منجر به پس زدن کاشتنی در بدن می‌شود (۶). تحقیقات گسترده‌ای بر روی پوشش‌هایی که منجر به افزایش زیست‌سازگاری این قطعات در بدن شوند در حال انجام است. یکی از پوشش‌های بسیار مؤثر در راستای افزایش زیست‌سازگاری سطوح ایمپلنت، پوشش شیشه زیست‌فعال می‌باشد (۷). هم‌چنین اکسید آهن نیز با توجه به خواص زیست‌سازگاری بالا در بدن همواره مورد توجه واقع شده و در تحقیقات استفاده می‌شود (۸).

همان‌طور که اشاره شد، یکی از خواص مهم نانوذرات اکسید آهن^۲ زیست‌سازگاری بالای این ذرات می‌باشد (۹). از طرفی این ذرات با توجه به اندازه مورد استفاده قادر به تولید گرما در میدان مغناطیسی متغییر می‌باشند. این تولید گرما در میدان مغناطیسی کاربردهای فراوانی را به دنبال داشته که از

در سال‌های اخیر تحقیقات زیادی در زمینه بهبود خواص و عملکرد کاشتنی‌های^۱ مورد استفاده در بدن انجام شده است. بیش‌ترین آلیاژهای استفاده شده در بدن از جنس فولادهای زنگ‌نزن، آلیاژهای تیتانیوم و آلیاژ کبالت-کروم-مولیبدن بوده‌اند. هر یک از این آلیاژها نقاط ضعف و قوت خاص خود را داشته و در کاربردهای متفاوتی در بدن مورد استفاده قرار می‌گیرند (۱ و ۲). فولاد زنگ‌نزن کم کربن ۳۱۶ آلیاژی است که بیشتر در کاربردهای استخوانی مورد استفاده قرار می‌گیرد (۳). از مزیت‌های استفاده از فولادهای زنگ‌نزن می‌توان به کم‌هزینه بودن این فولادها، زیست‌سازگاری خوب و مقاومت به خوردگی بالا در محیط بیولوژیکی بدن اشاره کرد (۴ و ۵). در عین حال، کاشتنی‌هایی که در بدن قرار داده می‌شوند همواره در معرض عدم پذیرش توسط بافت میزبان می‌باشند. در این

۳۱۶ و یا تیتانیوم و آلیاژهای آن مورد استفاده قرار می‌گیرند (۲۰). مکانیزم افزایش زیست‌فعالی این شیشه‌های زیست‌فعال مبتنی بر دو مرحله است: در مرحله اول یک لایه هیدروکسی آپاتیت سطحی ایجاد می‌شود. مرحله بعدی همراه با رها شدن ترکیبات سیلیکاتی و هم‌چنین ترکیبات کلسیوم‌دار باردار در محیط است که باعث ایجاد پیوند با بافت می‌گردد. تبادل یون در ساختار در این مرحله باعث ایجاد یک لایه غنی از سیلیسیوم بر روی سطح کاشتنی در بدن شده که در ادامه منجر به ایجاد مقادیر بیشتری از کریستال‌های هیدروکسی آپاتیت روی سطح می‌شود. لازم به ذکر است که در مراحل ابتدایی، ذرات شیشه‌زیست‌فعال شروع به انحلال کرده و تبادل یون‌های سدیم و پتاسیوم در کنار H_2O حادث می‌شود. در مرحله بعدی پیوندهایی که بین عناصر سیلیسیوم و اکسیژن در ذرات ایجاد شده بود شکسته شده و سیسیلیک اسید حاصل از واکنش ایجاد می‌شود. در این مرحله پس از آن که تعداد گروه‌های $SiOH$ به اندازه کافی زیاد شد، زمینه جهت جذب یون‌های کلسیوم فسفات آماده می‌شود. در این مرحله به علت اینکه زمینه برای رسوب کلسیوم فسفات آماده است یون‌های کلسیوم و فسفر بر روی سطح جذب شده و در کنار یون‌های ایجاد شده بر روی سطح کریستال‌های هیدروکسی آپاتیت شروع به تبلور می‌کنند. در مرحله آخر کربنات‌ها بر روی سطح رسوب کرده که این عامل باعث افزایش زیست‌فعالی سطح شامل کریستال‌های هیدروکسی آپاتیت می‌شود (۲۱).

روش‌های مختلفی برای پوشش دادن ذرات سرامیکی هم‌چون شیشه‌های زیست‌فعال و هم‌چنین ذرات اکسید آهن وجود دارد. در میان روش‌هایی موجود نظیر پوشش‌دهی لیزری، لایه نشانی فیزیکی و لایه نشانی رسوب شیمیایی و دیگر روش‌ها، استفاده از روش الکتروفورتیک^۴ یکی از رایج‌ترین روش‌های پوشش‌دهی این سری از مواد می‌باشد. از مشخصات این روش می‌توان به مقرون به صرفه بودن، راحتی فرآیند، امکان انجام فرآیند در دماهای پایین، سرعت پوشش‌دهی بالا، توانایی کنترل ضخامت با کنترل زمان و ولتاژ مورد استفاده و

مهم‌ترین این کاربردها می‌توان به کاربردهای فراگرمایی اشاره نمود. کاربردهای فراگرمایی در حوزه درمان سرطان‌ها از اهمیت ویژه‌ای برخوردار می‌باشد. در این روش با استفاده از گرمایی ایجاد شده توسط نانوذرات به‌صورت حوزه‌ای در محل سلول‌های سرطانی، به‌صورت مستقیم بر روی سلول‌ها اثر گذاشته و از بین برده می‌شود (۱۰). از کاربردهای دیگر این سری از نانو ذرات می‌توان به استفاده در پوشش‌های مختلف به‌عنوان عامل ضدخوردگی نیز اشاره نمود (۱۱). قابل ذکر است که خاصیت مغناطیسی ایجاد شده توسط این ذرات به دلیل تبادل یونی و ایجاد کاتیون‌های آهن در محیط می‌باشد (۱۲). ذرات مغناطیسی پایه آهن علاوه بر سمیت بسیار کم به دلایل مختلفی اعم از پایداری ترکیبات شیمیایی، ساختار کریستالی همگن، و خواص فیزیکی-فاموکولوژی مورد توجه قرار گرفته‌اند (۱۳). از دو عامل کنترل اندازه ذرات و اصلاح شدن سطوح این ذرات می‌توان جهت کنترل خواص گرمایی نانوذرات استفاده کرد (۱۴).

از موادی که اخیراً در تحقیقات جهت افزایش زیست‌سازگاری و زیست‌فعالی پوشش‌ها مورد استفاده قرار گرفته است را می‌توان به شیشه‌های زیستی اشاره کرد. سری شیشه‌های زیست‌فعال^۳ (۱۵) که توسط هنج و همکاران در سال ۱۹۶۹ معرفی شدند، هم‌اکنون از اهمیت بالایی برخوردار هستند (۱۶). یکی از مهم‌ترین خواصی که شیشه‌های زیست‌فعال را برای استفاده در کاربردهای زیستی مستعد می‌سازد، توانایی این شیشه‌ها در ایجاد پیوند با انواع بافت‌های سخت و نرم می‌باشد. ایجاد این پیوندها با افزایش رشد و بازسازی بافت‌های استخوانی زیست‌فعالی را در محیط بدن افزایش می‌دهد (۱۷-۱۹). از بین ترکیبات مختلف، ترکیب شیشه زیست‌فعال 45S5 را که حاوی ۴۵ درصد وزنی اکسید سیلیسیوم، ۲۴/۵ درصد وزنی اکسید سدیم، ۲۴/۵ درصد وزنی اکسید کلسیوم است، جز پرکاربردترین شیشه‌های زیست‌فعال است. شیشه‌های زیست‌فعال با توجه به ماهیت تردی که دارند بیشتر به‌صورت پوشش بر روی سطوح فلزاتی هم‌چون فولاد

و در این حالت نرخ رسوب بیش‌تری حاصل خواهد شد. در این پژوهش، ذرات شیشه زیست‌فعال به همراه نانوذرات اکسید آهن با استفاده از روش الکتروفوریتیک در ولتاژهای مختلف در محیط بافری حاوی استیک اسید به همراه سدیم هیدروکسید با اسیدیته مشخص بر روی سطح فولاد ۳۱۶ کم کربن پوشش داده شده و خواص این پوشش‌ها مورد بررسی قرار گرفت.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- مواد مورد استفاده

در این پژوهش از نانوذرات اکسید آهن در اندازه‌های ۲۰ تا ۴۰ نانومتر ساخت شرکت یواس-نانو با درجه خلوص آزمایشگاهی با اشکال کروی و با چگالی حدود ۵ گرم بر لیتر استفاده شد. میکروذرات شیشه زیست‌فعال 45S5 در اندازه‌های زیر ۱۵۰ میکرون تهیه شده از شرکت پردیس پژوهش فناوران یزد، استیک اسید با خلوص ۱۰۰ درصد مرک آلمان، و آب دوبار تقطیر شرکت شاداب، مورد استفاده قرار گرفتند. همچنین زیرلایه مورد استفاده در این پژوهش از جنس فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶ انتخاب شد.

۲-۲- روش‌های آماده‌سازی زیرلایه و محلول‌ها

در آماده‌سازی زیرلایه‌ها، قطعه‌های بریده شده در ابعاد ۲۰×۲۰ میلی‌متر مربع آماده شده و سطح نمونه‌ها با سنباده‌های ۸۰ تا ۱۲۰۰ سنباده زده شدند. سپس نمونه‌های سنباده زده شده، در محلول استون به مدت ۳۰ دقیقه برای از بین بردن آلودگی‌ها و چربی‌های سطحی در حمام اولتراسونیک، سونیکیت^۸ شدند. فرآیند تمیزکاری اولتراسونیک باید بعد از آماده‌سازی محلول الکتروفوریتیک و کمی قبل از انجام الکتروفوریتیک انجام شود تا نمونه‌ها دچار آلودگی نشوند. در مرحله بعدی محلول الکتروفوریتیک شامل ذرات اکسید آهن و شیشه‌زیست‌فعال آماده شدند. برای آماده‌سازی این محلول در ابتدا مقدار ۱۰۰ میلی‌لیتر آب دوبار تقطیر در بشر ریخته شده و بر روی هم‌زن مغناطیسی

هم‌چنین قابلیت پوشش‌دهی سطوح پیچیده اشاره کرد که این روش را نسبت به دیگر روش‌ها ارجحیت می‌بخشد (۲۲). در این روش یک آند و کاتد در حمامی مشخص قرار داده شده و به منبع ولتاژی مشخص متصل می‌گردند. پس از اعمال ولتاژ در بین آند و کاتد ذرات باردار شده در محلول در میدان الکترومغناطیسی^۵ که توسط منبع ولتاژ ایجاد شده است، با توجه به نوع بار سطحی ذرات بر روی آند و یا کاتد لایه نشانی می‌شوند. عوامل مختلفی هم‌چون اندازه ذرات، میزان ولتاژ، مقدار اسیدیته محلول و مقاومت الکتریکی محلول بر روی این فرآیند تأثیر دارد (۲۳). اولین و مهم‌ترین عامل، نوع محلول مورد استفاده می‌باشد. این عامل از اهمیت فراوانی برخوردار است به این علت که عملیات پوشش‌دهی^۶ و لایه نشانی در محیط این محلول انجام می‌شود. از جمله عواملی که در محیط محلول می‌تواند بر روی پوشش‌دهی تأثیر داشته باشد را می‌توان به خواص فیزیکی و شیمیایی محلول، رسانش محلول، گرانی محلول، پتانسیل زتای ذرات در محلول اشاره نمود. نوع برهم‌کنش محلول با سطح پودرها و هم‌چنین امکان پراکنده شدن مناسب در محلول از جمله عوامل مهم دیگر هستند. عامل دیگر اندازه ذرات مورد استفاده می‌باشد. نتایج نشان می‌دهد که بهترین نتایج در پودرها در این روش در بین ذراتی با اندازه‌های ۱ تا ۲ میکرومتر به دست می‌آید، ولی هیچ قانون کلی برای این مورد وجود ندارد. زمان پوشش‌دهی یکی دیگر از عوامل مهم در فرآیند الکتروفوریتیک می‌باشد. در فرآیند الکتروفوریتیک هرچه قدر زمان افزایش یابد از نرخ رسوب^۷ گذاری کاسته شده و در زمان‌های بالا ضخامت پوشش‌ها با نرخ بسیار کمتری تغییر می‌کند. عامل مهم بعدی ولتاژ اعمالی در حین فرآیند رسوب‌گذاری می‌باشد. نتایج تحقیقات نشان می‌دهد که هرچه میزان اعمال این ولتاژ بیشتر باشد نرخ رسوب ذرات بر روی زیرلایه‌ها افزایش یافته و نرخ رسوب‌گذاری نیز افزایش می‌یابد. عامل مهم دیگر نوع زیرلایه استفاده شده و رسانایی این زیرلایه‌ها می‌باشد. در این عامل هرچه قدر زیرلایه از رسانایی بیشتری برخوردار باشد جریان ایجاد شده در محلول بیشتر شده

۲-۴- روش‌های مشخصه‌یابی

برای مشخصه‌یابی پوشش‌ها از ارزیابی‌های متفاوتی استفاده شد. از آزمون پراش پرتوی ایکس برای مشخصه‌یابی فازهای ایجاد شده بر روی سطح استفاده شد. آزمون ترشوندگی بر روی نمونه‌ها به منظور مشخص شدن میزان زاویه ترشوندگی نمونه‌ها انجام شد. در ادامه تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی به همراه ارزیابی‌های انرژی عنصری و هم‌چنین نقشه توزیع عناصر بر روی سطح بررسی گردید. هم‌چنین ارزیابی پروفیلومتری لیزری بر روی نمونه برای مشخص شدن میزان پستی و بلندی و مشخصات زبری روی سطح انجام شد. برای بررسی خواص مغناطیسی نمونه‌ها و هم‌چنین میزان گرمای ایجاد شده توسط سطح پوشش در میدان مغناطیسی متغیر ارزیابی‌های مغناطومتری نمونه ارتعاشی استفاده گردید.

۳- نتایج و بحث

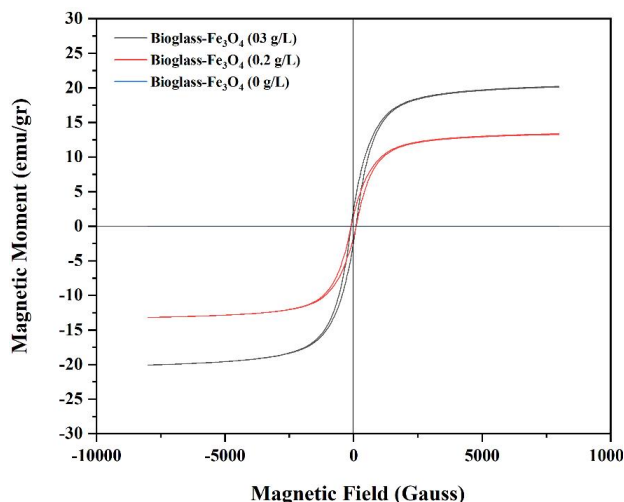
۳-۱- نتایج آزمون پراش پرتوی ایکس

شکل (۱) ارزیابی پرتوی پراش ایکس که از پوشش شیشه زیست‌فعال به همراه ذرات اکسید آهن که از روی زیرلایه فولاد ۳۱۶ تراشیده شده است را نشان می‌دهد. در این شکل منطقه آمورف ایجاد شده در زوایای بین ۲۰ تا ۳۵ درجه نشان‌دهنده حضور شیشه زیست‌فعال در ساختار می‌باشد. نمودار قرمز رنگ مربوط به مقدار ۰/۲ گرم بر لیتر و نمودار مشکی مربوط به نمونه ۰/۳ گرم بر لیتری پوشش داده شده می‌باشد. همان‌طور که در شکل نیز مشخص است هرچه قدر اندازه نانوذرات افزایش پیدا کرده است پیک‌های نانوذرات پوشش داده شده هم تیزتر شده است. این افزایش تیزی پیک‌ها در کنار کاهش اندازه شدت بخش تپه ایجاد شده به دلیل حضور شیشه زیست‌فعال نشان‌دهنده حضور بیشتر نانوذرات بر روی سطح پوشش می‌باشد. در تحقیقاتی که توسط سیکویرا و همکاران که داربست شیشه زیست‌فعال 45S5 متخلخل را با یکی از روش‌های نوین ریخته‌گری در سال ۲۰۱۸ سنتز کردند، نشان داده شد که نمونه‌های شیشه زیست‌فعال دارای ناحیه آمورف

قرار داده شدند. در حین هم‌زدن مقدار ۲ میلی‌لیتر اسید استیک به محلول اضافه شده و محلول به مدت ۲۰ دقیقه در این حالت هم‌زده شد. در ادامه مقادیر ۰/۰۳ و ۰/۰۲ گرم ذرات اکسید آهن که به رنگ سیاه هستند به محلول اضافه شده و محلول‌ها به مدت ۴۵ دقیقه دیگر هم‌زده شد. بعد از گذشت این زمان مقدار ۰/۰۵ گرم از شیشه زیست‌فعال به محلول‌ها اضافه شده و به مدت ۲ ساعت دیگر هم‌زده شد. بعد از گذشت دو ساعت، رنگ محلول از سیاه رنگ به قهوه‌ای تیره تغییر پیدا کرده که این تغییر رنگ نشان‌دهنده آمادگی محلول جهت انجام فرآیند الکتروفوریتیک می‌باشد. لازم به ذکر است که pH محلول پس از آماده‌سازی برابر با ۵ می‌باشد. در ادامه به بررسی فرآیند الکتروفوریتیک پرداخته می‌شود.

۲-۳- روش انجام فرآیند آزمایش الکتروفوریتیک

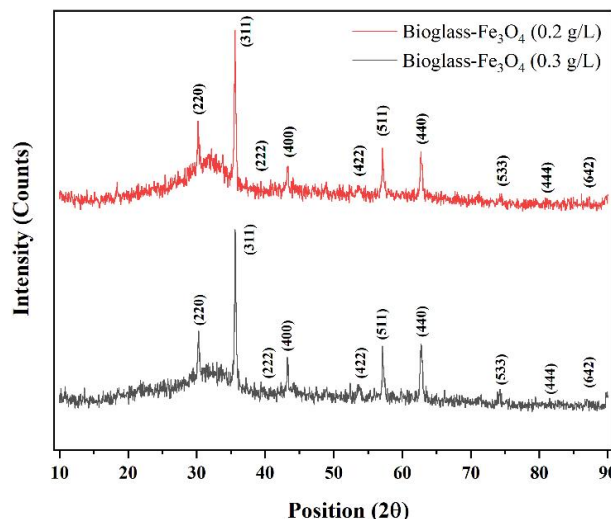
برای انجام فرآیند الکتروفوریتیک در این پژوهش از یک آند و کاتد از جنس فولاد کم کربن ۳۱۶ در ابعاد ۲۰×۲۰ میلی‌متر مربع استفاده گردید. در این روش آند و کاتد به یک منبع تغذیه جریان مستقیم متصل گشته و در محلول به فاصله یک سانتی متری یکدیگر قرار داده شدند. پس از قرار دادن الکترودها و پس از ایجاد چرخشی معادل با ۳۰۰ دور بر دقیقه در محلول، ولتاژی برابر با ۱۵ ولت اعمال گشته و این فرآیند به مدت ۴۵ دقیقه به طول انجامید. این فرآیند همان‌طور که در بخش آماده‌سازی محلول اشاره شد در pH برابر با ۵ و در دمای محیط انجام گرفت. بعد از انجام فرآیند الکتروفوریتیک و پوشش‌دهی زیرلایه‌ها، قطعات در آون خلأ به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد خشک شدند. جهت افزایش استحکام چسبندگی پوشش و افزایش زبری سطحی نمونه‌ها، در کوره‌ی خلا در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد عملیات حرارتی شدند. لازم به ذکر است در صورتی که از محیط خلا استفاده نشود پودرهای Fe_3O_4 تبدیل به Fe_2O_3 گشته و خواص مغناطیسی پوشش به مقدار زیادی افت می‌کند.



شکل ۲- نمودار تغییرات خواص مغناطیسی نمونه‌های کامپوزیتی.

نمونه‌ها انجام شد. این ارزیابی که در دمای اتاق انجام گرفت میزان تغییرات پارامترهای مغناطیسی را نشان می‌دهد. شکل (۲) و جدول (۱) داده‌های مغناطیسی به دست آمده از این آزمون را نشان می‌دهد. همان‌طور که نشان داده شده است میزان اشباع مغناطیسی و وادارندگی مغناطیسی به ترتیب برای نمونه‌های ۰/۳ و ۰/۲ گرم بر لیتر برابر با ۲۰/۲ و ۸۹، ۱۳/۳۵ و ۹۹ گاوس می‌باشد. خاصیت مغناطیسی در پوشش از این جهت مورد اهمیت است که از این پوشش می‌توان در کاربردهای ضدسرطانی و همچنین برای از بین بردن توده‌های سرطانی استفاده کرد. نمودار M-H که جهت ارزیابی‌های مغناطیسی مورد استفاده قرار گرفته است در شکل (۲) نشان داده شده است. میزان بسیار کم وادارندگی مغناطیسی پوشش‌ها نشان می‌دهد که نانوذرات دارای خاصیت مغناطیس نرم می‌باشد. در مواد مغناطیس نرم مغناطیس پذیری به این صورت تغییر می‌کند که پس از حذف میدان مغناطیسی متغیر ممان‌های حوزه‌های مغناطیسی که با میدان تغییر جهت می‌دهند به سرعت به حالت اولیه خود برمی‌گردند. این امر بدین معنا می‌باشد که خاصیت مغناطیسی در کل ذرات پس از حذف میدان مغناطیسی از بین رفته و ذرات به شرایط عادی بازمی‌گردند.

در پژوهشی که به صورت مشابه در زمینه نانوذرات مغناطیسی چن و همکاران در سال ۲۰۱۴ انجام گرفت، میزان



شکل ۱- پراش پرتو ایکس از نمونه شیشه زیست فعال- اکسید آهن.

جدول ۱- داده‌های مغناطیسی به دست آمده برای نمونه کامپوزیتی

R = Mr/Ms	Hc (G)	Mr (emu/g)	Ms (emu/g)	دامنه اندازه ذرات (nm)
۰/۱۱	۸۹/۳	۲/۳۳	۲۰/۲	۲۵-۳۵
۰/۱۰	۹۹	۱/۴۴	۱۳/۳۵	۲۵-۳۵
۰	۰	۰	۰	۲۵-۳۵

بین ۲۵ تا ۳۵ درجه هستند که این امر داده‌های این پژوهش را تأیید می‌کند (۲۴). در شکل (۱) همچنین، پیک‌های ذرات اکسید آهن با صفحات مشخص شده نشان داده شده‌اند. پیک‌های این صفحات در شکل (۱) منطبق بر رفرنس شماره ۸۴۶۱۱ کد ICSD هستند که تأییدکننده حضور نانوذرات اکسید آهن در ساختار پوشش می‌باشد. در ادامه با استفاده از قانون شرر اندازه کریستالیت‌های اکسید آهن محاسبه شد، که به صورت میانگین اندازه این کریستالیت‌ها برابر با ۳۲ نانومتر به دست آمد.

۳-۲- ارزیابی مغناطومتري نمونه ارتعاشی (VSM)

یکی از کاربردهایی که در پوشش اعمال شده مورد انتظار است، بررسی خواص مغناطیسی پوشش در میدان‌هایی با شدت مختلف می‌باشد. در این راستا بررسی مغناطومتري ارتعاشی برای

۳-۴- ارزیابی زاویه تماس

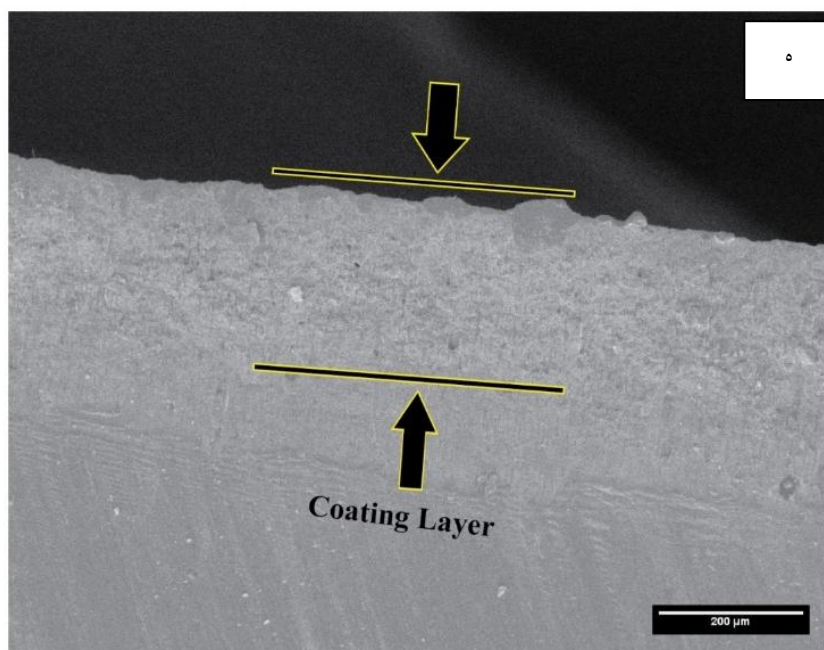
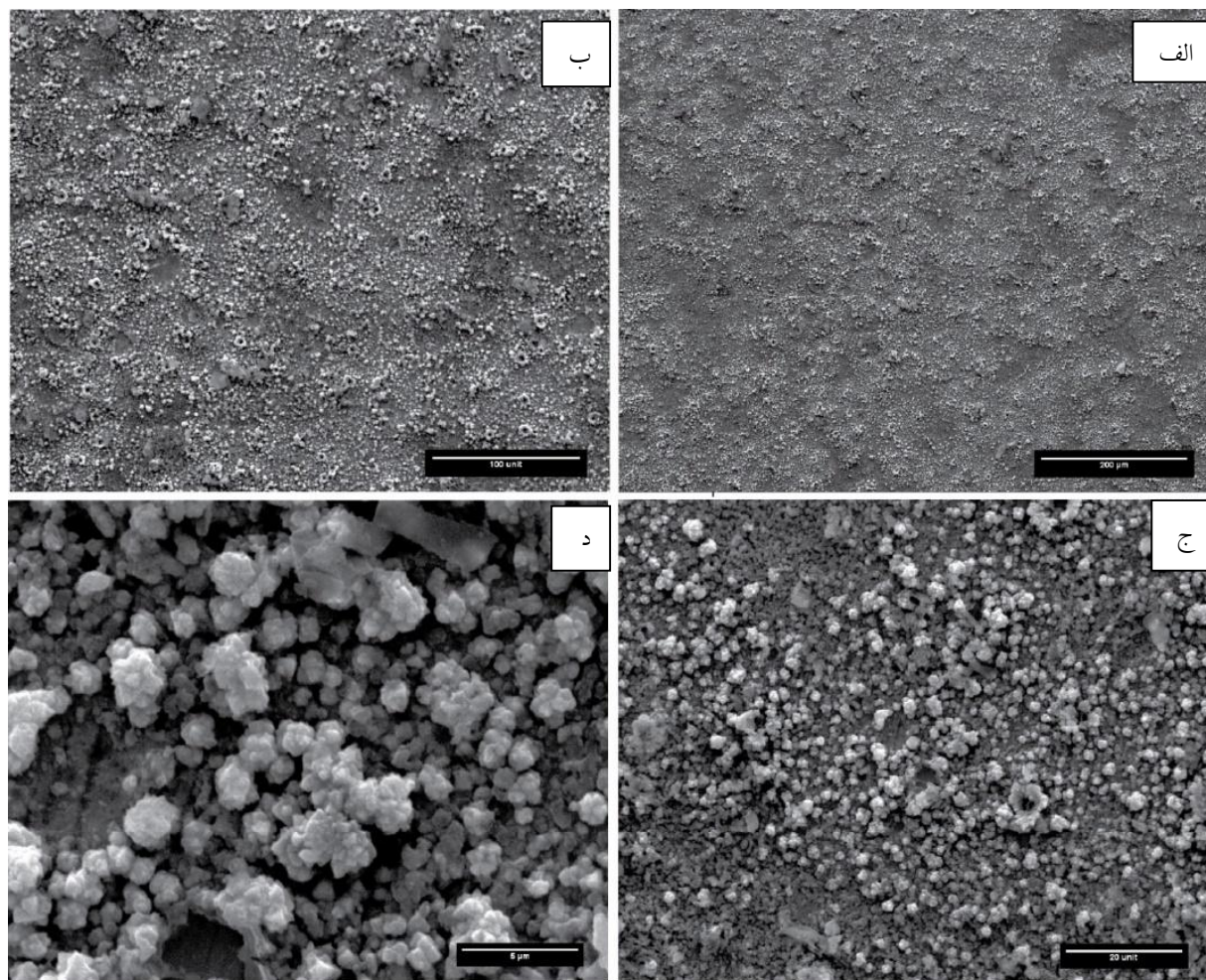
آب‌دوستی^{۱۰} یکی از مهم‌ترین خواصی است که یک لازمه یک پوشش زیست‌فعال که در بدن مورد استفاده قرار می‌گیرد می‌باشد. ارزیابی میزان آب‌دوستی یک سطح توسط زاویه ترشوندگی مورد ارزیابی قرار می‌گیرد. هرچه قدر میزان این اندازه کمتر باشد و یا به عبارتی سطح آب‌دوست باشد برای کاربردهای زیستی مناسب‌تر است. این امر به این دلیل است که هرچه قدر سطح مورد استفاده آب‌دوست‌تر باشد میزان تبادل یونی که با محلول پیش‌رو دارد بیشتر است و هرچه قدر این تبادل یونی بیشتر باشد زیست‌فعالی قطعاً بیشتر خواهد بود. بر اساس زاویه ترشوندگی سطوح به دو دسته آب‌دوست و آب‌گریز تقسیم می‌شوند. در سطوح آب‌دوست زاویه بین صفر تا ۹۰ درجه تغییر می‌کند. هرچه قدر این زاویه به صفر نزدیک‌تر باشد سطح آب‌دوست‌تر می‌باشد. این مقدار برای مواد در صورتی که بین صفر تا ۱۰ درجه قرار بگیرد را حالت فوق آب‌دوستی می‌نامند. در این حالت خاصیت آب‌دوستی در بیش‌ترین مقدار خود قرار داشته و این امر باعث می‌شود که سطوح بیش‌ترین تبادل یونی را با محیط اطراف خود داشته باشند. در این مواد با توجه به حداکثر بودن خاصیت آب‌دوستی، خاصیت زیست‌فعالی نیز به مقدار زیادی افزایش می‌یابد. همان‌طور که ذکر شد خاصیت زیست‌فعالی یکی از مهم‌ترین خواص مدنظر برای موادی است که در کاربردهای زیستی مورد توجه و استفاده هستند. در سطح آب‌گریز زاویه ترشوندگی بین ۹۰ تا ۱۸۰ درجه تغییر می‌کند. در سطوح آب‌گریز^{۱۱} هرچه قدر این زاویه به ۱۸۰ نزدیک‌تر باشد خاصیت آب‌گریزی در سطح بیشتر می‌باشد. در این سطوح آب‌گریز نیز هم‌چون سطوح آب‌دوست در صورتی که میزان زاویه به حد مشخصی برسد سطوح از آب‌گریز به سطوح فوق آب‌گریز تبدیل می‌شود. در سطوح آب‌گریز زاویه ترشوندگی از ۱۵۰ درجه تا ۱۸۰ درجه تغییر می‌کند. در این پژوهش، بعد از سه تکرار زاویه ترشوندگی به‌صورت متوسط که در شکل (۵) نشان داده شده است به میزان ۴۹ درجه به‌دست آمده است. همان‌طور که در

مغناطش اشباع^۹ برابر با 60 emu/g به‌دست آمد (۲۵). در پژوهش دیگری که توسط انصاری و همکاران در سال ۲۰۱۹ انجام گرفت نشان داده شد با استفاده از ترکیبات مغناطیسی شامل اکسید آهن می‌توان به اشباع مغناطیسی برابر با 52 emu/g دست یافت (۲۶).

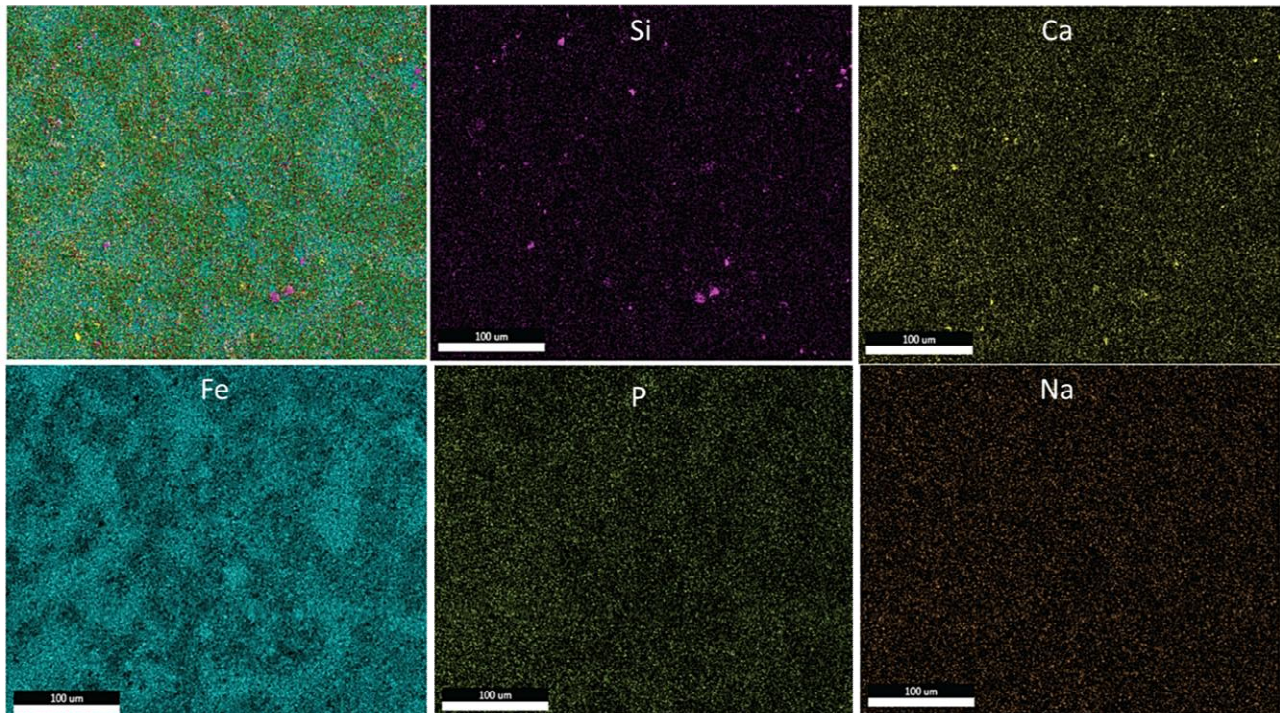
پس از بررسی‌های انجام شده در حوزه مغناطیسی و مشخصه‌یابی اشعه ایکس و نیز کیفیت سطحی پوشش در بین دو سری نمونه، نمونه پوشش‌دهی شده در محیط $0/3$ گرم بر لیتر از نانوذرات به‌عنوان پوشش بهینه انتخاب شد و ادامه فرایند مشخصه‌یابی بر روی این سری از نمونه‌ها انجام گرفت.

۳-۳- بررسی‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی

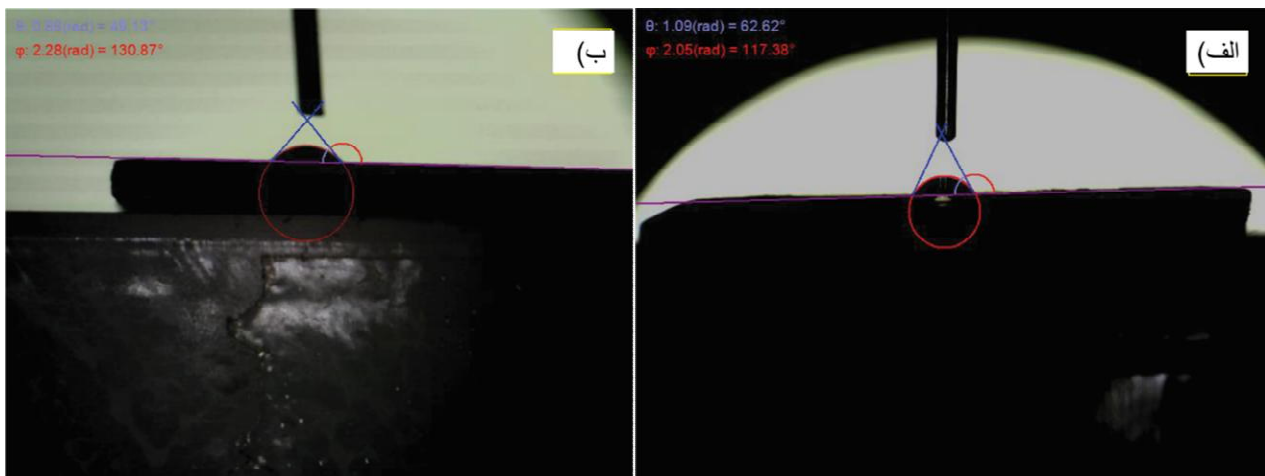
در شکل (۳) تصاویر ریزساختار از سطح پوشش در دو بزرگنمایی نشان داده شده است. در شکل (۳)، نمایی از سطح پوشش نشان داده شده است. حضور و توزیع یکنواخت نانوذرات اکسید آهن در پوشش در شکل (۲-الف) کاملاً مشخص می‌باشد. در شکل‌های (۳-ب) تا (۳-د) که با بزرگنمایی بیشتر گرفته شده‌اند، حضور ذرات شیشه زیست‌فعال در کنار ذرات اکسید آهن مشخص شده است. همان‌طور که در این تصاویر مشخص است، ذرات با مورفولوژی و اندازه متفاوت در کنار همدیگر به‌طور یکنواخت توزیع شده‌اند. در شکل (۳-ح) ضخامت لایه پوشش داده شده نشان داده شده است. این ضخامت به‌صورت متوسط برابر با $214 \pm 15/2$ میکرومتر بر روی سطح می‌باشد. شکل (۴) توزیع عناصر بر روی سطح را نشان می‌دهد. در این شکل عناصر تشکیل‌دهنده شیشه زیست‌فعال در کنار اکسیژن و آهن نشان دیده می‌شود. همان‌طور که مشخص است توزیع یکنواختی از عناصر سیلیسیوم، کلسیوم، فسفر، سدیم در سطح پوشش وجود دارد. این توزیع یکنواخت عناصر در سطح تأییدکننده توزیع یکنواخت ذرات شیشه زیست‌فعال بر روی سطح نمونه می‌باشد. شکل (۴) همچنین حضور نانوذرات اکسید آهن بر روی سطح را نیز نشان می‌دهد.



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی الکترونی از توزیع ذرات شیشه زیست فعال- اکسید آهن در سطح و سطح مقطع پوشش.



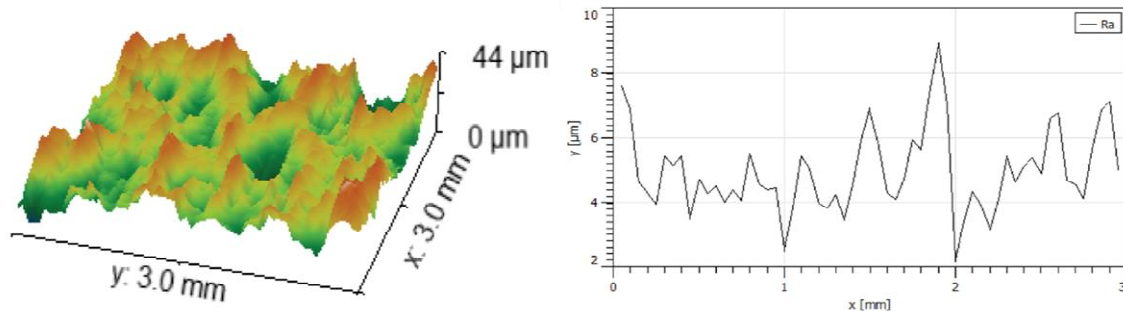
شکل ۴- نقشه توزیع عنصری در سطح پوشش.



شکل ۵- آزمون ترشوندگی سطوح: الف) زمینه، ب) پوشش.

کاهش همان‌طور که در ابتدا توضیح داده شد باعث افزایش زیست‌فعالی می‌شود. این افزایش هم‌چنین باعث زیست‌سازگاری نمونه و هم‌چنین راحت‌تر پذیرفته شدن قطعات با این پوشش می‌گردد. در تحقیقاتی که توسط سینگ و همکاران در سال ۲۰۲۱ انجام گرفت نشان داده شد که زاویه

تصویر مشخص است در زبری سطحی زیرلایه فولادی بعد از آماده شدن جهت پوشش‌دهی قبل از فرآیند پوشش‌دهی مورد ارزیابی واقع شد و زاویه ترشوندگی در این نمونه برابر با ۶۲ درجه به صورت متوسط محاسبه شد. این مسئله نشان می‌دهد که بعد از پوشش‌دهی زاویه ترشوندگی کاهش یافته و این



شکل ۶- پروفیل سطحی نمونه پوشش داده شده.

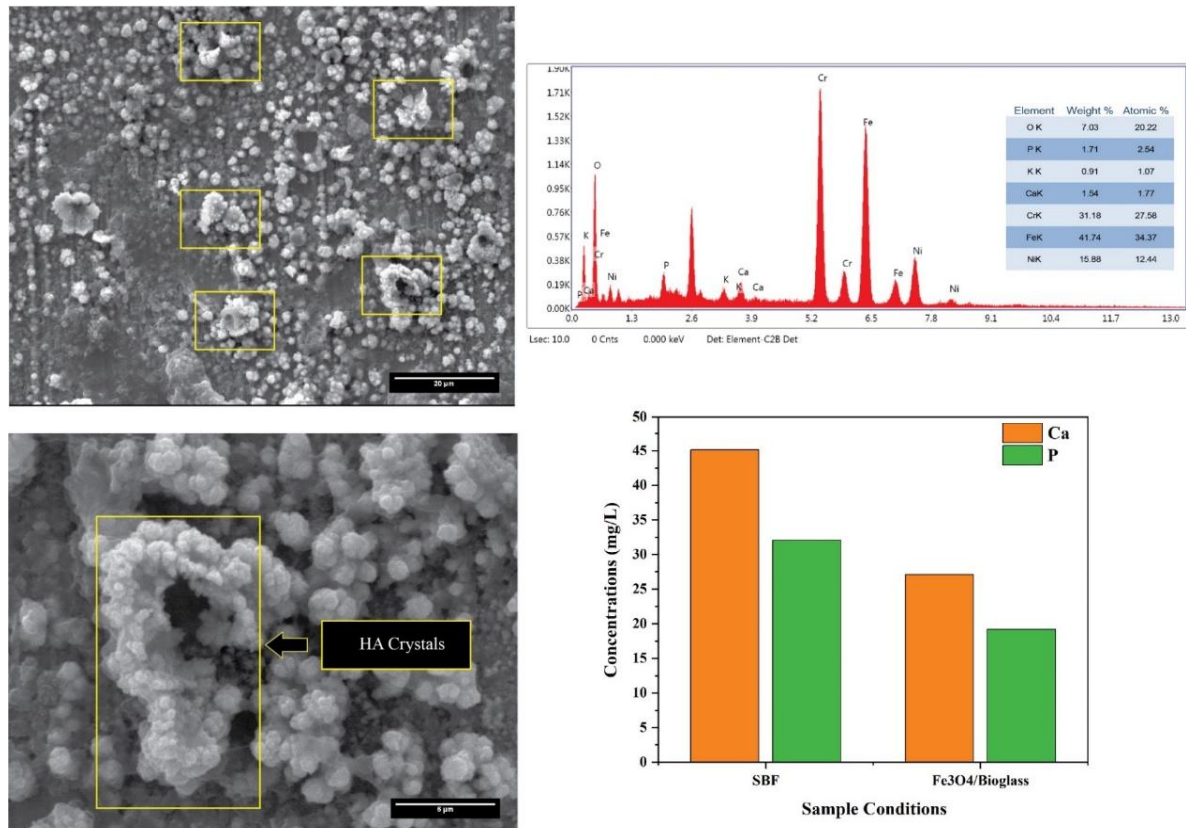
پایین‌ترین نقطه دره حدود ۸ میکرومتر می‌باشد. اما به صورت میانگین همان‌طور که اشاره شد مقدار میانگین زبری سطحی در سطح اسکن شده برابر با $4/9$ میکرومتر می‌باشد. زبری سطحی با زیست فعالی رابطه مستقیم دارد. همان‌طور که در تحقیقات نشان داده شده است اگر میزان زبری سطحی بیشتر باشد میزان زیست فعالی نیز افزایش می‌یابد. علت این را می‌توان به این نکته اشاره کرد که در بین این پستی و بلندی‌ها کریستال‌های هیدروکسی آپاتیت شرایط تشکیل شدن راحت‌تری را دارا می‌باشند و به همین دلیل زیست‌فعالیت افزایش می‌یابد. زبری سطحی هم‌چنین با زیست فعالی رابطه مستقیم دارد. در این رابطه اگر زبری افزایش یابد، با توجه به اینکه سطح ارتباطی با محیط اطراف بیشتر است، سطح آب‌دوست‌تری را دارد و این عامل باعث می‌شود که زیست‌فعالیت متقابلاً افزایش یابد.

در تحقیقاتی که در سال ۲۰۲۰ توسط بوسچتو و همکاران به چاپ رسیده است، نشان داده شد در نمونه‌های مختلفی که شامل کیتوسان، پلی‌اتیلن اکساید و نانورشته‌های^{۱۳} از شیشه زیست‌فعال بودند، زبری سطحی نمونه‌ها در زمانی که نانورشته‌ها به ساختار اضافه شدند افزایش پیدا کرده و در بین نمونه‌ها زبرترین سطح را نمونه‌های حاوی شیشه زیست‌فعال دارا می‌باشد. در این تحقیقات نشان داده شد که زبری سطحی در بیش‌ترین حالت برابر با نمونه دارای شیشه زیست‌فعال می‌باشد اما عمق زبری ایجاد شده نسبت به حالتی که شیشه زیست‌فعال حضور ندارد بیشتر است (۲۷).

ترشوندگی در ترکیبات حاوی شیشه زیست‌فعال و اکسید آهن بین زوایای ۳۵ تا ۸۰ درجه بسته به میزان مواد مورد استفاده متغیر است که این تحقیقات تأییدکننده نتایج به‌دست آمده در ارزیابی انجام شده در این پژوهش می‌باشد.

۳-۵- زبری سنجی و پروفیلومتری لیزری

زبری سطحی^{۱۲} یکی از پارامترهایی است که در بحث‌های زیستی از اهمیت بالایی برخوردار است. پستی و بلندی‌های سطحی بسته به اندازه خود می‌تواند باعث افزایش و یا کاهش زیست‌فعالیت نمونه‌های مورد استفاده در بدن گردند. در صورتی که این پستی و بلندی‌ها به اندازه‌ای باشند که در بین آن‌ها کریستال‌های هیدروکسی آپاتیت قادر به رشد کردن باشد، زیست‌فعالیت به دلیل راحت‌تر جوانه زدن هیدروکسی آپاتیت افزایش می‌یابد. این پستی و بلندی‌ها از سه جهت قابل ارزیابی و بررسی هستند؛ میزان پهنای پیک ایجاد شده، میزان فاصله ایجاد شده بین دو پیک و میزان ارتفاع هر پیک. لذا با توجه به این اهمیت از پروفیلومتری لیزری برای بررسی زبری سطحی استفاده شد. در نمونه‌های مورد آزمایش، میزان زبری سطحی متوسط برای یک سطح به مساحت 30×30 میلی‌متر مربع برای نمونه‌ها برابر با $4/9 \pm 1/2$ میکرومتر به‌دست آمده است. در شکل (۶) تصویر سه‌بعدی اسکن شده از سطح نمونه به همراه نمودار پروفیلومتری آن نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل مشخص است در ابعاد اسکن شده به اندازه 30×30 میلی‌متر مربع فاصله نوک بزرگ‌ترین قله تا



شکل ۷- تصویر کریستال‌های هیدروکسی آپاتیت تشکیل شده بر روی سطح به همراه نمودار کاهش عناصر کلسیم و فسفر در محلول شبیه‌ساز بدن به همراه نمودار طیف‌سنجی عناصر بر روی سطح پوشش قرار گرفته در محلول شبیه‌ساز بدن به مدت ۲۸ روز.

۳-۶- ارزیابی زیست‌فعالی پوشش

با توجه به اهمیت استفاده این پوشش‌ها در بدن ارزیابی زیستی این پوشش‌ها از اهمیت بالایی برخوردار می‌باشد. در این ارزیابی پوشش‌ها بعد از گذشت ۲۸ روز قرارگیری در محلول شبیه‌ساز^{۱۴} بدن مورد بررسی قرار گرفت. همان‌طور که عکس‌های میکروسکوپ الکترونی و طیف‌سنجی انرژی عناصر از سطح پوشش‌ها در شکل (۷) نشان می‌دهد، کریستال‌های هیدروکسی آپاتیت بر روی سطح تشکیل شده است. این کریستال‌ها به صورت نقاط سفید رنگ بر روی پوشش نشان داده شده است. این کریستال‌ها با شکل کروی بر روی سطح نشان داده شده است. نسبت کلسیم و فسفر از سطح نمونه مقادیری نزدیک به مقدار ۱ را به ما نشان می‌دهد. هم‌چنین ارزیابی طیف‌سنجی با استفاده از پلاسما جفت شده القایی به ما

کاهش میزان کلسیم و فسفر مایع شبیه‌سازی بدن را در نمونه بهینه نسبت به محلول اولیه را نشان می‌دهد. این کاهش کلسیم و فسفر در محلول تأییدکننده ایجاد کریستال‌های هیدروکسی آپاتیت^{۱۵} بر روی سطح می‌باشد.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش ذرات شیشه زیست فعال در کنار ذرات اکسید آهن بر روی سطح با استفاده از روش الکتروفوریتیک پوشش داده شد. ارزیابی‌های انجام شده شامل پراش پرتوی ایکس، عکس‌های میکروسکوپی، ارزیابی‌های سطح از جمله زاویه ترشوندگی و زبری سطحی نشان داد که تغییرات اعمال شده بر روی سطح منجر به افزایش زیست‌فعالی سطح پوشش داده شده گردید. در این حالت زبری سطحی نسبت به

تشکر و سپاسگزاری

این مقاله از پایان‌نامه کارشناسی ارشد در دانشگاه صنعتی اصفهان استخراج شده است. نویسندگان بر خود لازم می‌دانند که از دانشگاه صنعتی اصفهان به جهت ایجاد بستر مناسب جهت تحقیقات فوق، قدردانی و تشکر خود را اعلام دارند.

تضاد منافع

نویسندگان مقاله اذعان دارند هیچ نوع تضاد منافی با شخص، شرکت یا سازمانی برای این پژوهش ندارند.

حالت اولیه افزایش یافته و زاویه ترشوندگی کاهش یافته و تغییرات این دو عامل به نحوی که ذکر شد می‌تواند بر روی زیست‌فعالی تأثیر گذاشته و زیست‌فعالی را افزایش دهد. ارزیابی‌های مغناطومتري نمونه لرزشی نیز بر روی پوشش به جهت بررسی خواص مغناطیسی انجام شد که نشان می‌دهد این پوشش در میدان مغناطیسی متغیر قابل استفاده بوده و می‌تواند در کاربردهای فراگرمایی مورد استفاده قرار بگیرد. نهایتاً در این پژوهش نشان داده شد که این پوشش یک گزینه مناسب به جهت انجام استفاده بر روی قطعات کاشتنی در بدن می‌باشد.

واژه‌نامه

1. implants
2. Fe₃O₄ nanoparticles
3. bioactive glass
4. electrophoretic
5. electromagnetic field
6. coating process
7. deposition rate
8. sonicated
9. magnetic saturation
10. hydrophilic
11. hydrophobic
12. surface roughness
13. nano-fiber
14. simulated body fluid
15. Hydroxyapatite

مراجع

1. Azzouz I, Faure J, Khelifi K, Cheikh Larbi A, Benhayoune H. Electrophoretic Deposition of 45S5 Bioglass® Coatings on the Ti6Al4V Prosthetic Alloy with Improved Mechanical Properties. *Coatings*. 2020 Dec 6;10(12):1192. DOI: 10.3390/coatings10121192
2. Sivakumar M, Rajeswari S, Thulasiraman V. Metallographic investigation of a failed stainless steel orthopaedic implant device. *J Mater. Sci Lett*. 1996;15(24):2192-4.
3. Vafa E, Bazargan-Lari R, Bahrololoom ME. Electrophoretic deposition of polyvinyl alcohol/natural chitosan/bioactive glass composite coatings on 316L stainless steel for biomedical application. *Prog. Org Coat*. 2021 Feb;151:106059. DOI: 10.1016/j.porgcoat.2020.106059
4. Bordbar Khiabani A, Rahimi S, Yarmand B, Mozafari M. Electrophoretic deposition of graphene oxide on plasma electrolytic oxidized-magnesium implants for bone tissue engineering applications. *Mater. Today Proc*. 2018;5(7):15603-12. DOI: 10.1016/j.matpr.2018.04.169
5. D'Elia A, Deering J, Clifford A, Lee BEJ, Grandfield K, Zhitomirsky I. Electrophoretic deposition of polymethylmethacrylate and composites for biomedical applications. *Colloids Surf B Biointerfaces*. 2020 Apr;188:110763. DOI: 10.1016/j.colsurf.2019.110763
6. Misch CE. *Dental implant prosthetics-E-book*. Elsevier Health Sciences; 2004.
7. Chillo S, Flores S, Mastromatteo M, Conte A, Gerschenson L, Del Nobile MA. Influence of glycerol and chitosan on tapioca starch-based edible film properties. *J. Food Eng*. 2008;88(2):159-68.
8. Li Y, Wang Z, Liu R. Superparamagnetic α -Fe₂O₃/Fe₃O₄ Heterogeneous Nanoparticles with Enhanced Biocompatibility. *Nanomaterials*. 2021 Mar 24;11(4):834. Available from: <https://www.mdpi.com/2079-4991/11/4/834> DOI: 10.3390/nano11040834
9. Li Z, Kawashita M, Araki N, Mitsumori M, Hiraoka M, Doi M. Magnetic SiO₂ gel microspheres for arterial embolization hyperthermia. *Biomedical Materials*. 2010;5(6):65010. DOI: 10.1088/1748-6041/5/6/065010
10. Rajan A, Sharma M, Sahu NK. Assessing magnetic and inductive thermal properties of various surfactants functionalised Fe₃O₄ nanoparticles for hyperthermia. *Sci Rep*. 2020 Sep 22;10(1):15045. DOI: 10.1038/s41598-020-71703-6
11. Cornell RM, Schwertmann U. *The iron oxides*:

- structure, properties, reactions, occurrences, and uses. Vol. 664. Wiley-vch Weinheim; 2003.
12. Ghazanfari MR, Shams SF, Jaafari MR, Kashefi M. Multi-successive-step pH sensitive procedure: Survey of dominant formation mechanism of therapeutic SPIONs. *Ceram Int.* 2019 Apr;45(5): 6030–6. DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.12.073
 13. Sandler SE, Fellows B, Mefford OT. Best Practices for Characterization of Magnetic Nanoparticles for Biomedical Applications. *Anal. Chem.* 2019 Nov 19;91(22):14159–69. DOI: 10.1021/acs.analchem.9b03518
 14. Saifullah S, Ali I, Kawish M, El-Shabasy RM, Chen L, El-Seedi HR. Chapter 12—Surface functionalized magnetic nanoparticles for targeted cancer therapy and diagnosis. *Metal Nanoparticles for Drug Delivery and Diagnostic Applications*, 1st ed; Elsevier: Amsterdam, The Netherlands. 2020;
 15. Moriche R, Beltrán AM, Begines B, Rodríguez-Ortiz JA, Alcudia A, Torres Y. Influence of the porosity and type of bioglass on the micro-mechanical and bioactive behavior of coated porous titanium substrates. *J. Non. Cryst. Solids.* 2021 Jan;551:120436. DOI: 10.1016/j.jnoncrysol.2020.120436
 16. Hench LL, Splinter RJ, Allen WC, Greenlee TK. Bonding mechanisms at the interface of ceramic prosthetic materials. *J. Biomed. Mater. Res.* 1971 Nov;5(6):117–41. DOI: 10.1002/jbm.820050611
 17. Fernandez de Grado G, Keller L, Idoux-Gillet Y, Wagner Q, Musset AM, Benkirane-Jessel N, Bone substitutes: a review of their characteristics, clinical use, and perspectives for large bone defects management. *J. Tissue Eng.* 2018 Jan 1; 9:204173141877681. DOI: 10.1177/2041731418776819
 18. Moreira CDF, Carvalho SM, Sousa RG, Mansur HS, Pereira MM. Nanostructured chitosan/gelatin/bioactive glass in situ forming
 19. hydrogel composites as a potential injectable matrix for bone tissue engineering. *Mater. Chem. Phys.* 2018 Oct;218:304–16. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2018.07.039
 20. Ali A, Ershad M, Vyas VK, Hira SK, Manna PP, Singh BN, et al. Studies on effect of CuO addition on mechanical properties and in vitro cytocompatibility in 1393 bioactive glass scaffold. *Materials Science and Engineering: C.* 2018 Dec;93:341–55. DOI: 10.1016/j.msec.2018.08.003
 21. Shaikh S, Kedia S, Majumdar AG, Subramanian M, Sinha S. 45S5 bioactive glass coating on Ti6Al4V alloy using pulsed laser deposition technique. *Mater. Res. Express.* 2020 Feb 26;6(12):125428. DOI: 10.1088/2053-1591/ab7568
 22. Vichery C, Nedelec JM. Bioactive Glass Nanoparticles: From Synthesis to Materials Design for Biomedical Applications. *Materials.* 2016 Apr 14;9(4):288. DOI: 10.3390/ma9040288
 23. Besrs L, Liu M. A review on fundamentals and applications of electrophoretic deposition (EPD). *Prog. Mater. Sci.* 2007 Jan;52(1):1–61. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2006.07.001
 24. Van der Biest OO, Vandeperre LJ. Electrophoretic Deposition of Materials. *Annual Review of Materials Science.* 1999;29(1):327–52. DOI: 10.1146/annurev.matsci.29.1.327
 25. de Siqueira L, Gouveia RF, Grenho L, Monteiro FJ, Fernandes MH, Trichês ES. Highly porous 45S5 bioglass-derived glass–ceramic scaffolds by gelcasting of foams. *J. Mater. Sci.* 2018; 24; 53(15):10718–31. DOI: 10.1007/s10853-018-2337-x
 26. Chen W, Long T, Guo YJ, Zhu ZA, Guo YP. Magnetic hydroxyapatite coatings with oriented nanorod arrays: hydrothermal synthesis, structure and biocompatibility. *J Mater. Chem. B.* 2014;2(12): 1653. DOI: 10.1039/c3tb21769h
 27. Ansari M, Bigham A, Ahangar HA. Superparamagnetic nanostructured CuZnMg mixed spinel ferrite for bone tissue regeneration. *Materials Science and Engineering: C.* 2019;105:110084. DOI: 10.1016/j.msec.2019.110084
 28. Boschetto F, Ngoc Doan H, Phong Vo P, Zanocco M, Zhu W, Sakai W. Antibacterial and Osteoconductive Effects of Chitosan/Polyethylene Oxide (PEO)/Bioactive Glass Nanofibers for Orthopedic Applications. *Applied Sciences* 2020;10(7):2360. DOI: 10.3390/app10072360