Studying the Effect of Reduced Graphene Oxide on the Microstructure and Biomechanical Properties of Akermanite Ceramics

Farzad Malamir[1], Mahdi Kalantar[1*], Mojdeh Azizi[2] and Masoud Moshrafifar[1]

1- Faculty of Mining and Metallurgical Engineering, Yazd University, Iran
2- Department of Biomedical Engineering, Science and Art University, Yazd, Iran
* Corresponding author, Email: mkalantar@yazd.ac.ir

(Received: 18 May 2025; Revised: 31 August 2025; Accepted: 10 September 2025; Available online: * **** 20**)

ABSTRACT

Introduction and Objectives: Ceramics based calcium silicate such as Akermanite ($Ca_2MgSi_2O_7$) are suitable bioactive materials for bone tissue engineering applications. However, they suffer from poor mechanical properties. So, additives like graphene or its derivatives are used. In this regard, in this study, reduced graphene oxide (0.5%, 1%, and 1.5% by weight) has been employed as a reinforcement.

Materials and Methods: The mixture of raw materials (akermanite and reduced graphene oxide to the desired ratio) went through various preparation stages followed by sintering process and finally, the sintered samples were characterized.

Results: By increasing the weight percentage of reduced graphene oxide from zero (control sample) to 1.5 wt. %, a decrease in relative density from 94.9% to 89.3% and a reduction in compressive strength from 13 to 8 Mpa was observed. Toughness increased from 1.9 for the control sample to 4.2 for the 1 wt.% sample, it decreased to 2.7 $MPa.m^{1/2}$ for a 1.5 wt.% sample, though. Similarly, the hardness increased from 435 for the control sample to 588 Vickers for the 1 wt.% sample, and decreased to 308 Vickers for the 1.5 wt.% sample.

Conclusion: Among the composite specimens, the most homogeneous microstructure was related to the 1 wt.% sample with the highest mechanical properties (toughness and hardness). Graphene oxide not only does not prevent the formation of the apatite layer, but also encourages the formation of dense and fine apatite deposits on the surface of the composite sample.

Keywords: Reduced graphene oxide, Akermanite, Composite, Microstructure, Mechanical and biological properties.

نسخه پیش از انتشار

How to Cite: Malamir F, kalantar M, Azizi M, Moshrafifar M. Studying the effect of reduced graphene oxide on the microstructure and biomechanical properties of akermanite ceramics. J Adv Mater Eng. 2026;45(3):21–37. https://doi.org/10.47176/jame.45.3.1131

بررسی تاثیر اکسید گرافن کاهش‌یافته بر ریزساختار، خواص مکانیکی و خواص زیستی سرامیک آکرمانیت

فرزاد مالمیر[1]، مهدی کلانتر*[1]، مژده عزیزی[2] و مسعود مشرفی فر[1]

۱- گروه مواد و متالورژی، دانشکده معدن و متالورژی، دانشگاه یزد، ایران

۲- گروه مهندسی پزشکی، دانشگاه علم و هنر، یزد، ایران

*** نویسنده مسئول، پست الکترونیکی: mkalantar@yazd.ac.ir**

(دریافت: ۱۴۰۴/۲/۲۸، بازنگری: ۱۴۰۴/۶/۹، پذیرش: ۱۴۰۴/۶/۱۹، انتشار: **/**/۱۴**)

چکیده

مقدمه و اهداف: سرامیک‌های برپایه سیلیکات کلسیم، مانند آکرمانیت ($Ca_2MgSi_2O_7$)، مواد زیست‌فعال مناسبی جهت استفاده به‌عنوان ترمیم استخوان هستند اما خواص مکانیکی ضعیفی دارند. به همین دلیل، از مواد افزونی مانند گرافن یا مشتقات آن استفاده می‌کنند. در همین راستا، در این مطالعه از اکسید گرافن کاهش‌یافته (۰/۵، ۱ و ۱/۵ درصد وزنی) به عنوان تقویت‌کننده استفاده شده است.

مواد و روش‌ها: مخلوط مواد اولیه، شامل آکرمانیت و اکسید گرافن کاهش‌یافته به نسبت مورد نظر، مراحل مختلف آماده‌سازی را طی کرده و در ادامه، نمونه‌ها تحت فرآیند تف‌جوشی قرار گرفتند و درنهایت مشخصه‌یابی نمونه‌های تف‌جوشی‌شده انجام گرفت.

یافته‌ها: با افزایش درصد وزنی اکسید گرافن کاهش‌یافته از صفر (نمونه شاهد) تا ۱/۵ درصد، کاهش چگالی نسبی از ۹۴/۹ به ۸۹/۳ درصد، کاهش استحکام فشاری از ۱۳ به ۸ مگاپاسکال مشاهده شد. چقرمگی از ۱/۹ برای نمونه شاهد به ۴/۲ $MPa.m^{1/2}$ برای نمونه یک درصد وزنی افزایش یافته اما مجددا به ۲/۷ $MPa.m^{1/2}$ برای نمونه یک و نیم درصد وزنی کاهش یافت. به‌طور مشابه سختی از ۴۳۵ برای نمونه شاهد به ۵۸۸ ویکرز برای نمونه یک درصد وزنی افزایش یافته اما مجددا به ۳۰۸ ویکرز برای نمونه یک و نیم درصد وزنی یافت.

نتیجه‌گیری: در بین نمونه‌های کامپوزیتی، همگن‌ترین ریزساختار مربوط به نمونه یک درصد وزنی با بالاترین خواص مکانیکی (چقرمگی و سختی) بود. اکسید گرافن، نه‌تنها مانع از تشکیل لایه آپاتیت نمی‌شود، بلکه زمینه‌ساز شکل‌گیری رسوبات آپاتیتی متراکم و ریز روی سطح نمونه کامپوزیتی است.

واژه‌های کلیدی: اکسید گرافن کاهش‌یافته، آکرمانیت، کامپوزیت، ریزساختار، خواص مکانیکی و زیستی.

نسخه پیش از انتشار

۱- مقدمه

مواد زیستی، باید شامل ویژگی‌هایی مانند زیست‌سازگاری با محیط بدن و تحریک تشکیل بافت جدید (زیست‌فعالی) بوده و درعین‌حال، از حداقل خواص مکانیکی لازم برخوردار باشند. سرامیک‌های زیستی، به دلیل شباهت با محیط فیزیولوژیکی بدن، مورد توجه ویژه‌ای قرار گرفته‌اند. موادی مانند هیدروکسی‌آپاتیت، فسفات‌های کلسیم، شیشه‌های زیست‌فعال و ترکیبات سیلیکاتی در تعدادی از سیستم‌های خاص سه‌تایی، به دلیل توانایی در ترمیم استخوان و ایجاد پیوند با بافت استخوان در مهندسی بافت و ایمپلنت‌های ارتوپدی و دندانی کاربرد دارند. در بین سیستم‌های سیلکاتی سه‌تایی $MgO-CaO-SiO_2$ تعدادی از ترکیبات مانند آکرمانیت ($Ca_2MgSi_2O_7$)، دیوپساید ($MgCaSi_2O_6$) و غیره، به دلیل داشتن ویژگی‌های مکانیکی و زیستی مناسب مورد توجه قرار گرفته است و برای استفاده در ترمیم استخوان‌های آسیب‌دیده، انتخاب خوبی به شمار می‌آیند (۱۷-۱). تحقیقات پیشین نشان داده است که سرامیک‌های زیست‌فعال برپایه آکرمانیت، به‌خوبی تجزیه‌پذیر بوده و می‌توانند زمینه‌ساز خاصیت زیست‌فعالی (قابلیت استخوان‌سازی[1])، قابلیت چسبندگی خوب و درعین‌حال قابلیت تکثیر سلول‌های استئوبلاست[2] باشند. نتایج مقایسه‌ای بین توانایی تشکیل آپاتیت زیستی روی سطح اکرمانیت و دیگر سرامیک‌ها، چون ولاستونیت در محلول شبیه‌ساز بدن نشان داده که پس از ۲۰ روز، لایه ضخیم‌تری از آپاتیت با ضخامت حدود ۱۳۰ میکرومتر روی سطح اکرمانیت شکل می‌گیرد (۱۱ و ۱۲). افزایش زمان غوطه‌وری، منجر به آزادشدن سریع‌تر یون‌های کلسیم (Ca^{2+}) نسبت به یون منیزیم (Mg^{2+}) شده که این امر باعث فوق‌اشباع شدن یون‌های کلسیم در محلول و درنتیجه کریستالیزه‌شدن و افزایش لایه آپاتیت زیستی می‌گردد. در یک مطالعه دیگر، غوطه وری آکرمانیت با ۹۰ درصد تخلخل به مدت ۱۰ روز در محلول شبیه‌ساز بدن، منجر به تشکیل لایه‌ای از هیدروکسی‌آپاتیت با نسبت کلسیم به فسفر ۱/۶۲ و اندازه ذرات حدود ۱۰۰ میکرومتر شد (۷). از نقطه ضعف آکرمانیت ترد و شکننده‌بودن و مقاومت کم آن در در نواحی باربر استخوان است و لازم است با افزایش یک جزء ثانویه خواص مکانیکی آن را بهبود بخشید، ضمن این‌که خواص زیستی ان کاهش پیدا نکند. نتایج بررسی داربست‌های متخلخل[3] آکرمانیت تقویت شده با نانو ذرات تیتانیوم دی اکسید ساخته‌شده به روش لیزری، نشان‌دهنده افزایش خواص مکانیکی داربست شامل سختی ۷/۶۶ گیگاپاسکال برای داربست با ۷ درصد وزنی نانوذرات TiO_2 درمقایسه با ۵/۸۲ گیگاپاسکال برای آکرمانیت خالص، چقرمگی شکست ۲/۳۲ برای داربست با ۷ درصد وزنی نانوذرات اکسید تیتانیم در مقایسه با ۱/۸۲ مگاپاسکال رادیکال‌متر برای آکرمانیت خالص و استحکام فشاری ۲۲/۸۶ مگاپاسکال برای داربست با ۷ درصد وزنی نانوذرات TiO_2در مقایسه با ۳/۵۳ مگاپاسکال برای آکرمانیت خالص است که به قرارگیری نانوذرات TiO_2 در داخل دانه‌های آکرمانیت و در طول مرزدانه‌ها و افزایش مقاومت به تشکیل و رشد ترک نسبت داده شده است (۱۳). این درحالی است که خواص زیستی آکرمانیت نیز بهبود می‌یابد، به‌طوری که تکثیر سلولی MG-63 در داربست‌های آکرمانیت با ۵ درصد وزنی نانوذرات TiO_2، نسبت به داربست آکرمانیت خالص کیفیت بهتری داشته و زیست‌سازگاری داربست‌های آکرمانیت بهبود یافته است. سایر مطالعات نیز نشان دادند که TiO_2 قادر به افزایش چسبندگی استئوبلاست[4] و القای رشد سلولی[5] است (۱۶ و ۱۸).

گرافن به دلیل سطح ویژه بالا، سازگاری زیستی و بهبوددهنده خواص مکانیکی، می‌تواند عامل تقویت‌کننده مناسبی برای آکرمانیت باشد. در سال‌های اخیر، نانوپرکننده‌های برپایه گرافن، مانند اکسید گرافن کاهش‌یافته[6]، به منظور تقویت خواص مکانیکی سرامیک‌ها و سرامیک‌های زیستی، مانند نیترید سیلیسیم، زیرکونیا، آلومینا، هیدروکسی آپاتیت و آکرمانیت استفاده شده اند (۲۷-۱۸). تقویت خواص مکانیکی، به‌واسطه ظهور سازوکارهای مختلف مقاومت به رشد ترک، ازجمله پل زدن، انحراف و دور زدگی ترک است. اکسید گرافن کاهش‌یافته زیست‌سازگاری بهتری نسبت به سایر مشتقات گرافن دارد. سرامیک زیستی آکرمانیت خواص زیستی مناسبی را از خود نشان می‌دهد اما

نسخه پیش از انتشار

خواص مکانیکی چندان مناسبی برای استفاده در بافت استخوان ندارد، به همین دلیل لازم است با کامپوزیتی‌کردن آن خواص مکانیکی آن را بهبود بخشید. برای اولین بار از گرافن، برای افزایش چقرمگی سرامیک‌های برپایه نیترید سیلیسیم بهره گرفته شد (۲۱). به‌طوری‌که ذرات ورقه‌ای گرافن را به‌طور یکنواخت در میان ذرات سرامیکی نیترید سیلیکون پراکنده کرده و سپس با استفاده از روش تف‌جوشی قوس پلاسمایی در دمای ۱۶۵۰ درجه سانتی‌گراد متراکم شد. نتایج نشان داد که با افزودن گرافن در مقادیر حجمی ۱/۵ تا ۲/۵ درصد وزنی، چقرمگی شکست از ۲/۸ به ۶/۶ مگاپاسکال رادیکال‌متر افزایش می‌یابد. دلیل افزایش چقرمگی، به‌واسطه احاطه‌شدن دانه‌های سرامیکی به‌وسیله ذرات صفحه‌ای گرافن است. به عبارتی گرافن، دانه‌های سرامیکی را پوشش داده و ترک‌های در حال گسترش را نه تنها در دو بعد، بلکه در سه بعد نیز منحرف می‌کند. بیشترین چقرمگی شکست، معادل با ۸ $MPa \cdot m^{1/2}$ و بالاترین عدد سختی ۱۸/۸ GPa برای نمونه با یک درصد وزنی بود. نتایج تست زمان برای نانوکامپوزیت گرافن-آلومینا که با استفاده از فرآیند آسیاکاری و تف‌جوشی در کوره تحت خلا ساخته شده بودند، نشان دهنده آگلومره‌شدن صفحات گرافن و ایجاد برخی عیوب ساختاری در گرافن است (۲۲). از نانوورقه‌های اکسید گرافن، با غلظت ۰/۵ و ۱ درصد وزنی، در ساخت داربست کامپوزیتی ژلاتین-هیدروکسی آپاتیت برای بررسی ویژگی‌های مکانیکی و تمایز استخوانی استفاده گردید (۲۳). نتایج نشان‌دهنده کاهش تردی داربست کامپوزیتی با افزایش حضور اکسید گرافن است. داربست‌های حاوی ۱/۵ درصد اکسید گرافن به مدت ۶۰ روز در محلول بافر فسفات سالین[۷] غوطه‌ور شدند که طی آن گرافن به شکلی پایدار و خطی آزاد شد، سمیت کمی داشت و آزمایش‌های کشت سلولی[۸] نشان‌دهنده افزایش القای استخوان‌سازی[۹] است. کامپوزیت کلسیم سیلیکات و اکسید گرافن کاهش‌یافته که با استفاده از روش هیدروترمال و فرآیند پرس ایزواستاتیک گرم در دمای ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد تولید شده، مورد ارزیابی خواص مکانیکی و زیستی قرار گرفته است و نتایج نشان از بهبود خواص مکانیکی با حضور اکسید گرافن کاهش‌یافته است (۱۰). بااین‌حال، این ماده تکثیر سلولی را ارتقاء داده، اما تأثیری بر توانایی تشکیل آپاتیت بر سطح سرامیک کلسیم سیلیکات نداشته است. در ضمن به دلیل این‌که اکسید گرافن، دانه‌های زمینه را از هم جدا کرده و از بسته‌شدن تخلخل‌ها جلوگیری می‌کند، چگالی نسبی از ۹۸ درصد برای کلسیم سیلیکات به ۹۴ درصد، برای یک درصد وزنی، کاهش خواهد یافت. نانوسختی از ۳/۵۵ به ۴/۸۳ گیگاپاسکال و چقرمگی از ۱/۲۴ به ۲/۷۶ مگاپاسکال رادیکال‌متر، هر دو با افزایش اکسید گرافن تا یک درصد وزنی افزایش می‌یابند، اما در مقادیر بالاتر مجددا کاهش می‌یابد که می‌تواند به دلیل افزایش قابل‌توجه تخلخل و ضعیف‌شدن اتصال‌ها در فصل مشترک باشد. در این نوع کامپوزیت‌ها، افزایش چقرمگی مربوط به فعال‌شدن چهار مکانیزم شامل (الف) پل‌زنی ترک، (ب) بیرون‌کشیدگی یا خارج‌شدگی ورق‌های اکسید گرافن از زمینه به‌واسطه نیروهای کششی، (ج) انحراف ترک و (د) انشعاب ترک که نقش افزایش مقاومت به رشد ترک را دارند، است. براساس تحقیقات اخیر، کامپوزیت‌هایی که حاوی اکسید گرافن با عرض متوسط باشند چقرمگی شکست بالاتری نسبت به ورق‌های با عرض بزرگ‌تر (درشت‌تر) از خود نشان می‌دهند. در حقیقت ورق‌های ریزتر، اتصال قوی‌تری با زمینه برقرار می‌کنند (۱۹و ۲۰). تصاویر میکروسکوپی الکترونی نمونه‌های شاهد و کامپوزیتی بعد از غوطوری به مدت ۱۴ روز در محلول شبیه‌سازی‌شده بدن[۱۰] نشان‌دهنده رشد نانوصفحات آپاتیت و تشکیل یک لایه متراکم از هیدروکسی آپاتیت روی سطح نمونه‌های کامپوزیتی با افزایش غلظت اکسید گرافن است. طبق نتایج طیف‌سنجی پراکندگی پرتو ایکس[۱۱] هیچ نشانه‌ای از حضور پیک Si نبوده و نسبت مولی Ca/P آپاتیت شکل‌گرفته برای کلسیم سیلیکات خالص و کامپوزیت آن، به ترتیب حدود ۱/۷۲ و ۱/۵۸ است (۱۰). برخی مطالعات نشان می‌دهند که تبادل یونی بین یون‌های کلسیم (Ca^{2+}) و یون‌های هیدروژن (H^{+}) در سطح نمونه رخ می‌دهد و منجر به تشکیل لایه‌ای از سیلیس آمورف می‌شود که مکان‌های مناسبی برای جوانه‌زنی آپاتیت فراهم می‌کند. تفاوت

نسخه پیش از انتشار

مورفولوژیکی هیدروکسی آپاتیت رشدکرده در محلول شبیه‌سازی‌شده بدن برای نمونه‌های با مقادیر اکسید گرافن مختلف، می‌تواند به تغییرات غلظت یونی عناصر مختلف اعم از کلسیم، فسفر، سیلیسیم در داخل محلول و pH آن نسبت داده شود. بررسی تست زیست‌فعالی، برای کامپوزیت زیستی متشکل از اکسید گرافن کاهش‌یافته، سیلیکات روی و سیلیکات کلسیم، نشان‌دهنده وجود نانوکریستال‌های آپاتیت روی سطوح کامپوزیت زیستی می‌باشد (۱۲). همچنین، تست تکثیر سلولی نشان می‌دهد که آزادسازی سیلیسیم و روی از ترکیب زیستی، باعث افزایش قابل‌توجهی در استخوان‌سازی سلول‌های بنیادی مزانشیمی[۱۲] شده است. علاوه‌براین، فعالیت آلکالین فسفاتاز با اعمال جریان مستقیم سه میکروآمپر برای تحریک سلول‌های کشت داده شده روی سطح کامپوزیت بهبود یافته و می‌توان کامپوزیت زیستی الکتریکی با رسانایی نسبتا خوب ساخت که پتانسیل بالقوه‌ای برای ترمیم استخوان در موارد پوکی استخوان است. با توجه به آنچه گفته شد، نقش گرافن در افزایش خواص مکانیکی سرامیک‌های زیستی بدون این‌که خواص زیستی آن‌ها را کاهش دهد، کاملا مشهود است. از طرفی اثر گرافن و یا مشتقات آن روی آکرمانیت کمتر کار شده و لازم است تا اثر درصد اکسید گرافن کاهش‌یافته روی خواص زیستی و خواص مکانیکی آن مورد بررسی قرار گیرد. در همین راستا، در این کار کامپوزیت‌های زیستی بر پایه آکرمانیت، شامل درصدهای مختلف از اکسید گرافن کاهش‌یافته (۰/۵، ۱ و ۱/۵ درصد وزنی)، به عنوان تقویت‌کننده از نظر خواص زیستی و خواص مکانیکی مورد مطالعه قرار گرفته است. در این مطالعه، ابتدا سنتز پودر آکرمانیت به روش سل-ژل انجام شده و در ادامه آسیاکاری تر جهت مخلوط مواد اولیه، دانه‌بندی، تراکم سرد و عملیات حرارتی تف‌جوشی در کوره تیوبی تحت حفاظت گاز آرگون در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت سه ساعت انجام شد. نمونه‌های حاصل پس از تف‌جوشی، از نظر ترکیب فازی با استفاده از آزمون تفرق اشعه ایکس[۱۳]، ریزساختاری با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی[۱۴]، خواص زیستی (خاصیت زیست‌فعالی) و خواص مکانیکی (استحکام، چقرمگی و سختی) مشخصه‌یابی شد تا بدین وسیله تاثیر درصد اکسید گرافن بر خواص زیستی و مکانیکی مورد ارزیابی قرار گیرد.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- مواد اولیه

در این مطالعه از مواد اولیه آکرمانیت (خلوص ۹۹درصد- شهرک علمی تحقیقاتی اصفهان-شرکت کیمیا زیست ترمیم با کد Ak-N)، اکسید گرافن کاهش‌یافته (خلوص ۹۹/۹ درصد-کاراپژوهش امیرکبیر)، اتانول (خلوص ۹۹/۸ درصد- پارس الکل)، محلول شبیه‌سازی‌شده بدن (مطابق جدول ۱ - آپاتک)، آب دیونیزه، پلی وینیل الکل[۱۵] (خلوص ۹۹/۹۹ درصد- مرک) در مراحل مختلف مورد استفاده قرار گرفته‌اند.

۲-۲- آماده سازی مواد اولیه

در ابتدا دوغاب همگن و پایدار از آکرمانیت و اکسید گرافن کاهش‌یافته، به‌طور جداگانه در اتانول با استفاده از همزن مغناطیسی (به مدت سه ساعت و دمای ۳۰ درجه سانتی گراد)، تهیه شدند. در مرحله بعد، با مخلوط‌کردن سوسپانسون‌های فوق به نسبت‌های مختلف (طبق جدول ۲) و عمل همزدن به مدت دو ساعت در دمای ۳۰ درجه سانتی‌گراد روی همزن مغناطیسی، سوسپانسیون‌های کامپوزیتی حاصل شدند. جهت همگن‌سازی و همچنین ریزترشدن ورقه‌های اکسید گرافن کاهش‌یافته، دوغاب‌های مخلوط تهیه شده، مورد آسیاکاری گلوله‌ای با نسبت وزنی گلوله‌های زیرکونیا به دوغاب ۲ به ۱، مدت دو ساعت و سرعت ۱۰۰ دور بر دقیقه قرار گرفتند. دوغاب‌های پایدار (حداقل به مدت ۱۰ الی ۱۲ ساعت مخلوط دوغاب در دمای محیط نگه داشته شده که ته‌نشینی نداشت) و همگن‌سازی شده به مدت سه روز در دمای ۹۰ درجه سانتی‌گراد در یک خشک‌کن قرار گرفته و بدین ترتیب پودر کامپوزیتی مورد نظر از آکرمانیت- اکسید گرافن کاهش‌یافته حاصل شد که از الک با مش ۲۳۰ عبور داده شدند.

نسخه پیش از انتشار

جدول ۱- pH و آنالیز محلول SBF مورد استفاده

ترکیب	Na^+	K^+	Mg^{2+}	Ca^{2+}	Cl^-	HCO_3^-	HPO_4^{2-}	SO_4^{2-}
mol/lit	۱۴۲	۵	۱/۵	۲/۵	۱۴۷/۸	۴/۲	۱	۰/۵
pH	۷/۴ ± ۰/۲							

جدول ۲- نمونه‌های شاهد و کامپوزیتی مورد مطالعه

کد نمونه	درصد وزنی آکرمانیت	درصد وزنی اکسید گرافن کاهش‌یافته
AK	۱۰۰	۰
AK-0.5 rGO	۹۹/۵	۰/۵
Ak-1 rGO	۹۹	۱
AK-1.5 rGO	۹۸/۵	۱/۵

۲-۳- تهیه نمونه‌های کامپوزیتی

از روش پرس سرد (قالب فولادی، فشار ۱۲۰مگاپاسکال)، برای تهیه قرص‌های کامپوزیتی آکرمانیت-rGO استفاده شد. قبل از پرس‌کردن مقداری پلی وینیل الکل (۲ درصد وزنی) به پودرها، جهت دست‌یابی به قرص‌هایی با استحکام بیشتر افزوده شد. قرص‌های کامپوزیتی برای تف‌جوشی‌شدن در درون کوره تیوبی تحت حفاظت گاز آرگون به مدت سه ساعت در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد با نرخ گرمایش ۲ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه قرار گرفتند.

۲-۴- مشخصه‌یابی

به منظور بررسی ریزساختار نمونه‌های کامپوزیتی، در ابتدا عملیات سنباده‌زنی سطح نمونه‌ها با سنباده‌های با گریدهای مختلف (از۲۰۰ تا ۱۵۰۰) و در ادامه عملیات پولیش‌کاری با سوسپانسیون آلومینایی انجام شد. با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM مدل MIRA III, TESCAN, Czech Republic)، مشاهدات ریزساختار سطح و مقطع شکست نمونه‌ها انجام شد. همچنین برای تجزیه و تحلیل عناصر موجود در فازهای مختلف روی ریزساختار، طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس (EDAX-SAM-X) نیز انجام شد. برای بررسی ترکیب فازی نمونه‌های کامپوزیتی تف‌جوشی‌شده از آزمون تفرق اشعه ایکس (دستگاه Panalytical مدل X'pertPro) استفاده شد. در این آزمون، از پرتو تک‌فام مس با طول‌موج ۱/۵۴ A، ولتاژ شتاب‌دهنده ۴۰ kv و شدت جریان ۳۰ mA استفاده شد. همچنین زمان شمارش ۰/۵ ثانیه، مقدار هر گام ۰/۰۲ درجه و منطقه بررسی بین ۱۰ تا ۸۰ درجه انتخاب شد. از نرم‌افزار پردازش تصویر ImageJ، برای محاسبه اندازه دانه‌ها استفاده شد. از دستگاه سختی‌سنجی ویکرز (مدل Instron Wolpert، فرورونده الماسی- هرمی با قاعده مربع و زاویه ۱۳۶ درجه، بار اعمالی یک کیلوگرم، مدت زمان ۱۰ ثانیه) برای اندازه‌گیری قطر اثر ایجاد شده و از رابطه (۱) برای محاسبه عدد سختی ویکرز نمونه‌های کامپوزیتی استفاده شد (۸). میانگین سه اندازه‌گیری به‌عنوان عدد سختی درنظر گرفته شد.

$$HV = 2F\sin(136°/2) \div d^2 \sim 1.854F/d^2 \qquad (۱)$$

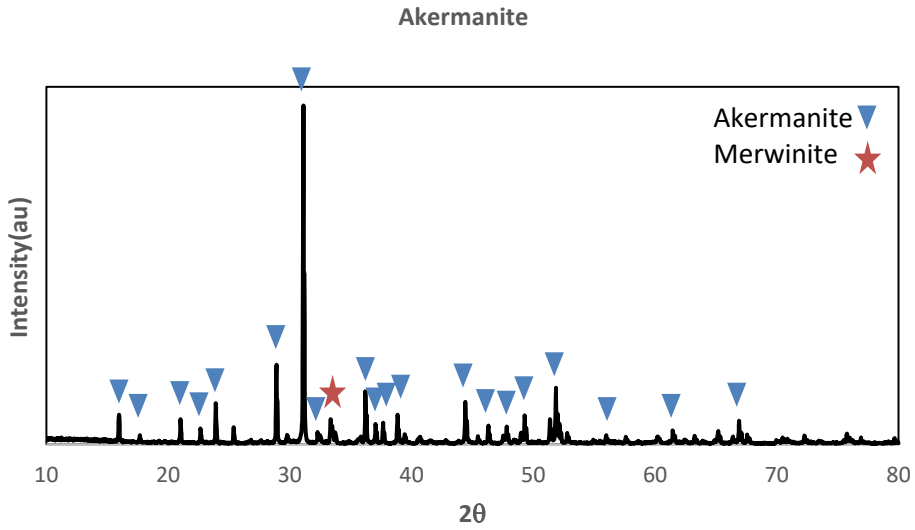
که در آن HV عدد سختی ویکرز، F نیروی اعمال‌شده (بر حسب کیلوگرم) و d میانگین قطر فرورفتگی (بر حسب میلی‌متر) است.

برای محاسبه چقرمگی شکست، از تست نفوذ دندانه‌ای ویکرز استفاده شد. به‌طوری که طول ترک شکل‌گرفته و قطر اثر ایجادشده، اندازه‌گیری شده و در مرحله بعد با استفاده از رابطه (۲) عدد چقرمگی محاسبه گردید (۸)

$$K_{IC} = 0.016\,(E/H)^{1/2}\,(P/C^{3/2}) \qquad (۲)$$

که در آن KIC چقرمگی نفوذی (MPa $m^{1/2}$) است، E مدول

نسخه پیش از انتشار



شکل ۱- آنالیز XRD برای پودر آکرمانیت خریداری‌شده.

الاستیک (GPa)، H سختی ویکرز (GPa)، P بار نفوذ (N) و C طول نیمه ترک‌های شعاعی روی سطح (متر) پس از نفوذ ویکرز می‌باشد.

به منظور بررسی قابلیت تشکیل آپاتیت، نمونه کامپوزیتی بهینه از نظر ریزساختار، ترکیب فازی و خواص مکانیکی Ak-(1%wt rGO)، و نمونه شاهد (Ak) مورد تست زیست‌فعالی قرار گرفتند. برای هریک از نمونه‌ها به تعداد سه عدد در ۵۰ میلی‌لیتر محلول شبیه‌سازی‌شده بدن با دمای ۳۷ درجه سانتی گراد (جدول ۱) غوطه‌ور شدند و پس از ۳، ۷ و ۱۴ روز به‌ترتیب یکی از آن‌ها خارج شدند، با آب مقطر شسته شده و خشک شدند. در ضمن هر سه روز یک بار، محلول خارج شده و نمونه‌ها با آب مقطر شسته شدند و مجددا در محلول تازه قرار گرفتند. برای بررسی مورفولوژی و ترکیب فازی سطح، نمونه‌ها به ترتیب مورد مشاهدات میکروسکوپی و آزمون تفرق اشعه ایکس قرار گرفتند.

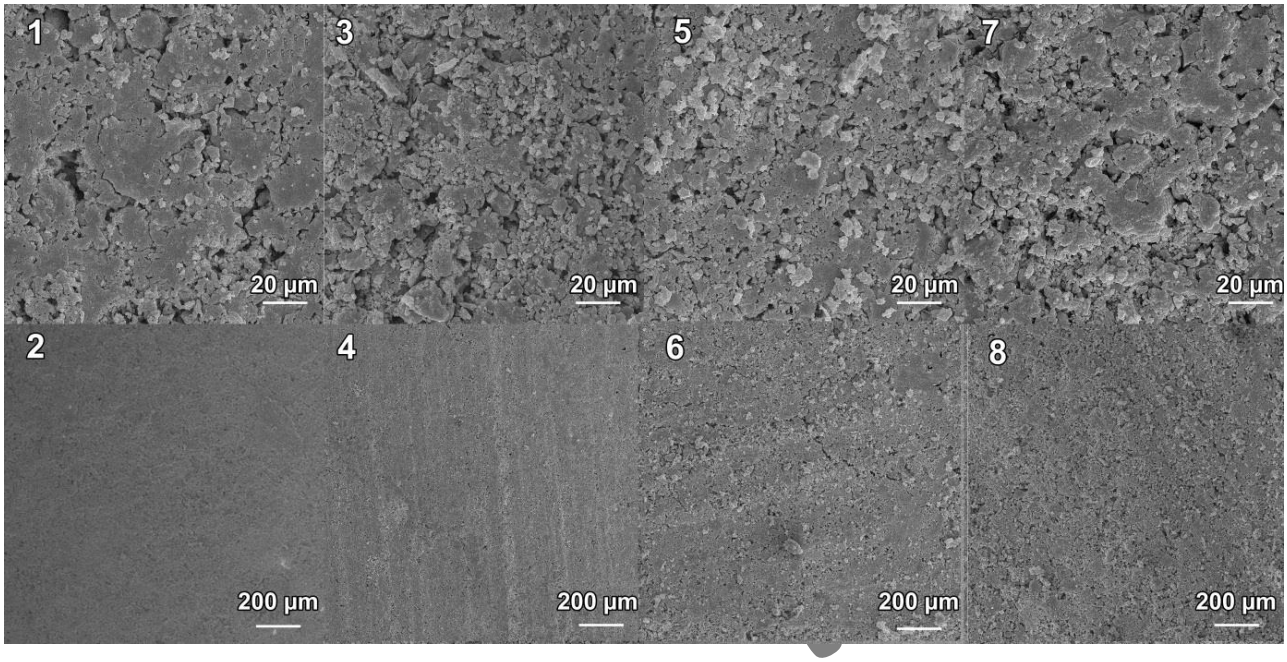
۳- نتایج و بحث

۳-۱- آنالیز نمونه آکرمانیت خریداری‌شده

به منظور تأیید صحت ترکیب شیمیایی آکرمانیت خریداری شده، آزمون تفرق اشعه ایکس (XRD) انجام شد که نتایج آن در شکل (۱) آمده است. مطابق آن پیک‌های کوچکی مربوط به فاز مرونیت مشاهده می‌شود و پیک‌های مربوط به آکرمانیت با پیک‌های در طیف استاندارد آکرمانیت تطابق دارند.

۳-۲- نتایج ریزساختاری و ترکیب فازی نمونه‌های شاهد و کامپوزیتی

مطابق شکل‌های (۲) و (۳) که نتایج مشاهدات ریزساختاری نمونه شاهد و نمونه‌های کامپوزیتی را نشان می‌دهند، با حضور اکسید گرافن کاهش‌یافته در آکرمانیت، به‌طور جزئی ناهمگنی و تخلخل نمونه‌های کامپوزیتی افزایش یافته است. به عبارتی اکسید گرافن کاهش‌یافته، به دلیل عدم ترشوندگی خوب با ذرات آکرمانیت قابلیت تف‌جوشی‌شدن را کاهش داده و تخلخل و ناهمگنی ریزساختار را افزایش می‌دهد (۳). لازم به ذکر است اکسید گرافن، دارای گروه‌های عاملی اکسیژنی مانند هیدروکسیل(-OH) و اپوکسید (-O-) روی سطح خود است که فعالیت‌های فیزیک و شیمیایی و برقراری پیوند با زمینه کامپوزیت را تضمین می‌نماید (بهبود قابلیت ترشوندگی)، اما برای اکسید گرافن کاهش‌یافته، به دلیل حذف گروه‌های عاملی اکسیژنی که مسئول خاصیت ترشوندگی هستند قابلیت ترشوندگی کاهش



شکل ۲- تصاویر FESEM برای نمونه‌های کامپوزیتی تف‌جوشی‌شده:

۱ و ۲) نمونه شاهد، ۳ و ۴) AK-0.5wt% rGO، ۵ و ۶) AK-1wt%rGO، ۷ و ۸) AK-1.5wt%rGO.

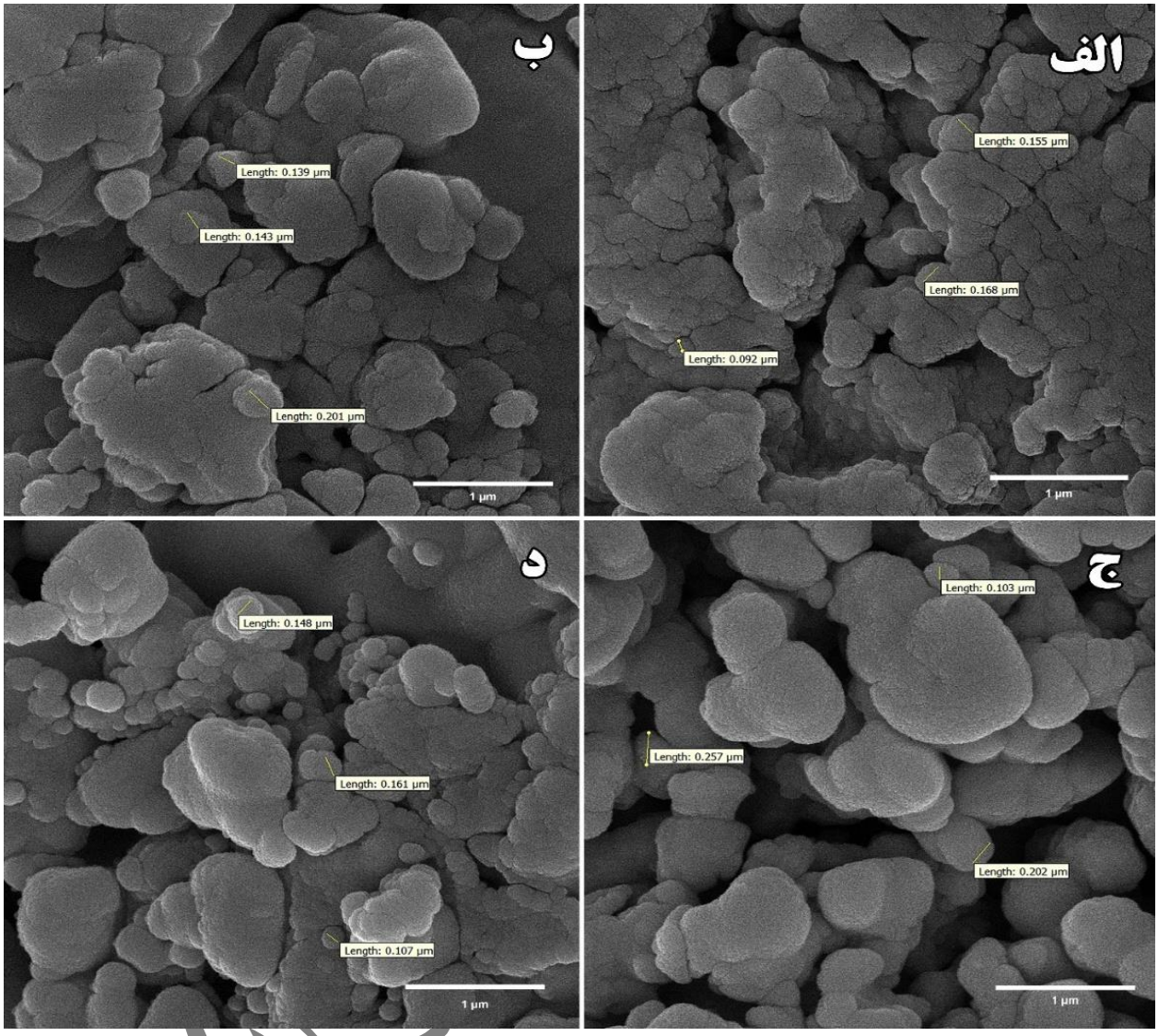
می‌یابد. انجام فرآیند احیاء در جهت حذف گروه‌های عاملی (هیدروکسیل، کربوکسیل، کربونیل، استر، اپوکسی و ...) و کاهش عیوب ساختاری لازم است؛ چراکه رسانایی حرارتی و الکتریکی و همین‌طور مقاومت مکانیکی آن را به عنوان تقویت‌کننده افزایش می‌دهد (۲۳). همچنین طبق شکل (۳)، اندازه دانه‌های کریستالی در مقیاس نانومتری است و می‌توان نمونه‌ها را نانوکامپوزیتی محسوب نمود. اندازه متوسط دانه‌های کریستالی، از ۰/۱۳۸ برای نمونه شاهد به ۰/۱۸۷ میکرومتر برای نمونه یک و نیم درصد وزنی افزایش می‌یابد. می‌توان گفت که انرژی سطحی آکرمانیت در برابر اکسید گرافن کاهش‌یافته، به‌طور قابل توجهی بالاتر است (۱۲)؛ به همین دلیل در ضمن فرآیند پخت برای کاهش انرژی سطحی خود رشد دانه را انجام می‌دهد.

مطابق شکل (۴) که با بزرگ‌نمایی بالاتر گرفته شده است، به خوبی ذرات ورقه‌ای شکل قابل مشاهده است که با توجه به پیشینه تحقیق، این نوع ذرات به اکسید گرافن کاهش‌یافته مربوط می‌شوند (۱۰).

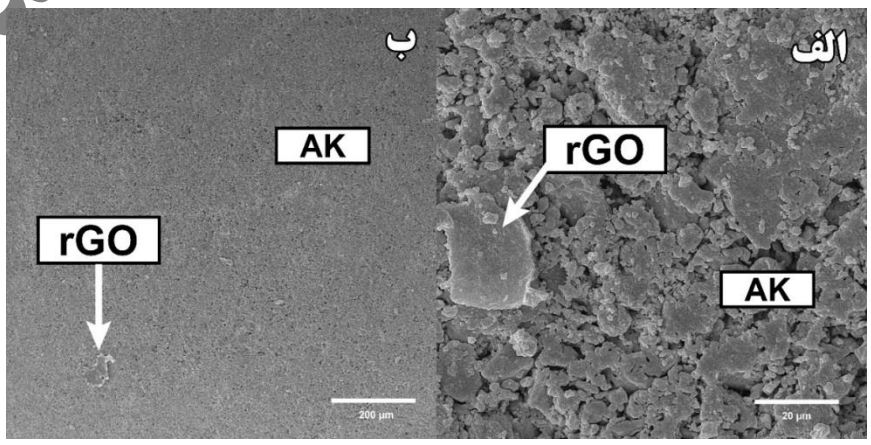
نتایج آنالیز طیف‌سنجی پراکندگی انرژی اشعه ایکس (آنالیز نقطه‌ای روی تصویر FESEM) برای نمونه‌های کامپوزیتی Ak-1.5rGO (شکل۵)، به خوبی حضور کربن با توزیع یکنواخت در کنار آکرمانیت را نشان می‌دهد. بزرگی پیک اکسیژن به دلیل حضور آن با نسبت بالا در در آکرمانیت و همین‌طور حضور آن در اکسید گرافن کاهش‌یافته است.

۳-۳- خواص فیزیکی و مکانیکی

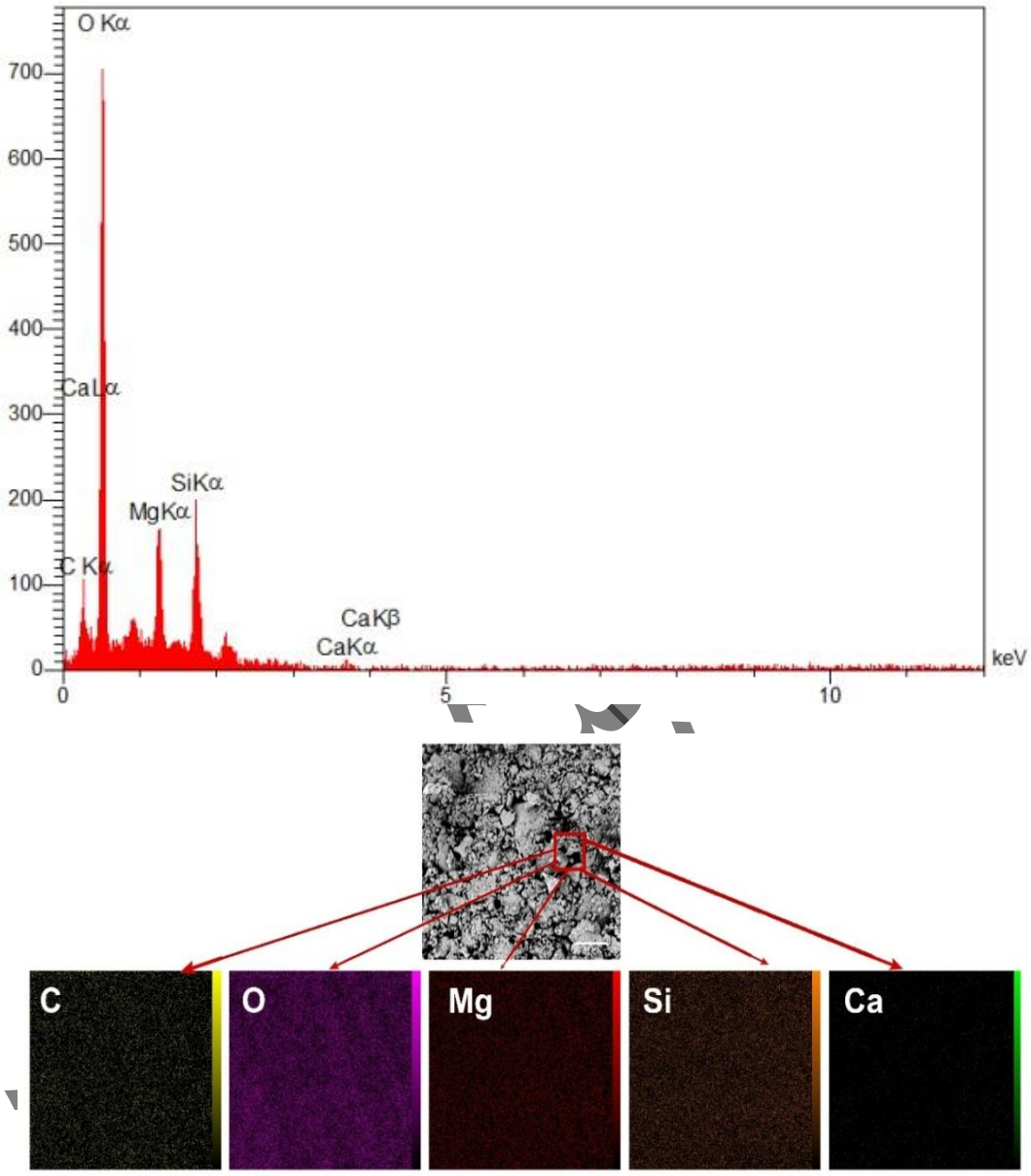
نتایج مربوط به چگالی نسبی نمونه‌های تف‌جوشی‌شده (جدول ۳)، نشان‌دهنده کاهش چگالی نسبی و افزایش تخلخل با افزایش درصد گرافن است. به عبارتی با افزایش درصد وزنی اکسید گرافن کاهش‌یافته، چگالی نسبی از ۹۴/۹ برای نمونه شاهد به ۸۹/۳ درصد برای نمونه یک و نیم درصد وزنی رسیده و تخلخل از ۵/۱ برای نمونه شاهد به ۱۰/۷ درصد برای نمونه یک و نیم درصد وزنی می‌رسد. لازم به ذکر است که اکسید گرافن کاهش‌یافته ترشوندگی خوبی با آکرمانیت نداشته و به همین دلیل بعد از عمل تف‌جوشی، ریزساختار با حضور اکسید گرافن کاهش‌یافته متخلخل است (مطابق آنچه در مورد شکل‌های ۲ و ۳ گفته شد) (۲۸).



شکل ۳- اندازه دانه‌های کریستالی برای نمونه‌های مورد بررسی به ترتیب
الف) نمونه شاهد(آکرمانیت)، ب) Ak-0.5rGO، ج) Ak-1rGO، د) Ak-1.5rGO.



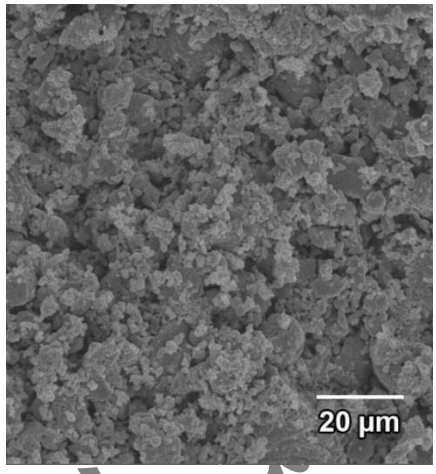
شکل ۴- حضور صفحات اکسید گرافن کاهش‌یافته در کنار ذرات آکرمانیت در نمونه Ak-1rGO.



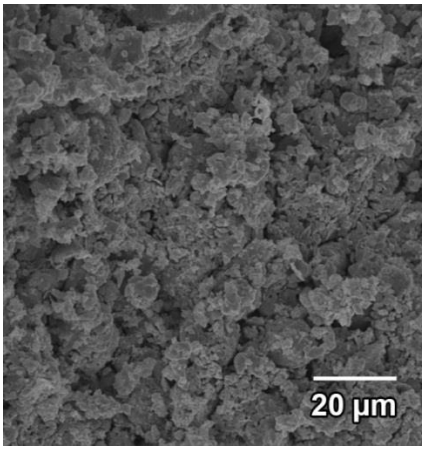
شکل ۵- نتایج آنالیز EDX برای نمونه Ak-1.5rGO.

جدول ۳- داده‌های مربوط به نمونه‌های کامپوزیتی تف‌جوشی‌شده

نمونه	چگالی نسبی (٪)	سختی (HV)	درصد تخلخل	اندازه دانه متوسط (μm)	استحکام فشاری MPa	چقرمگی $MPa.m^{1/2}$
Ak	۹۴/۹	۴۳۵ ± ۱۴	۵/۱	۰/۱۳۸	۱۳±۴	۱/۹
Ak-0.5%rGO	۹۲/۹	۴۵۹ ± ۴	۷/۱	۰/۱۶۱	۹±۶	۲/۵
Ak-1%rGO	۹۱/۱	۵۸۸ ± ۱۱	۸/۹	۰/۱۸۷	۱۰±۵	۴/۲
Ak-1.5%rGO	۸۹/۳	۳۰۸ ± ۱۰	۱۰/۷	۰/۱۵۸	۸±۷	۲/۷



الف



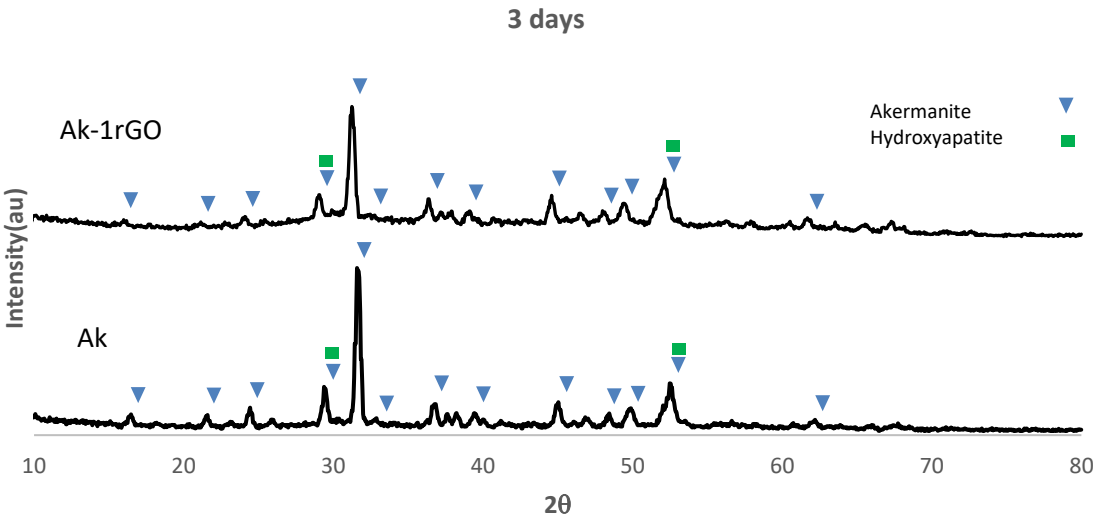
ب

شکل ۶- مقاطع شکست نمونه‌های تست استحکام فشاری: الف) شاهد، ب) یک درصد وزنی.

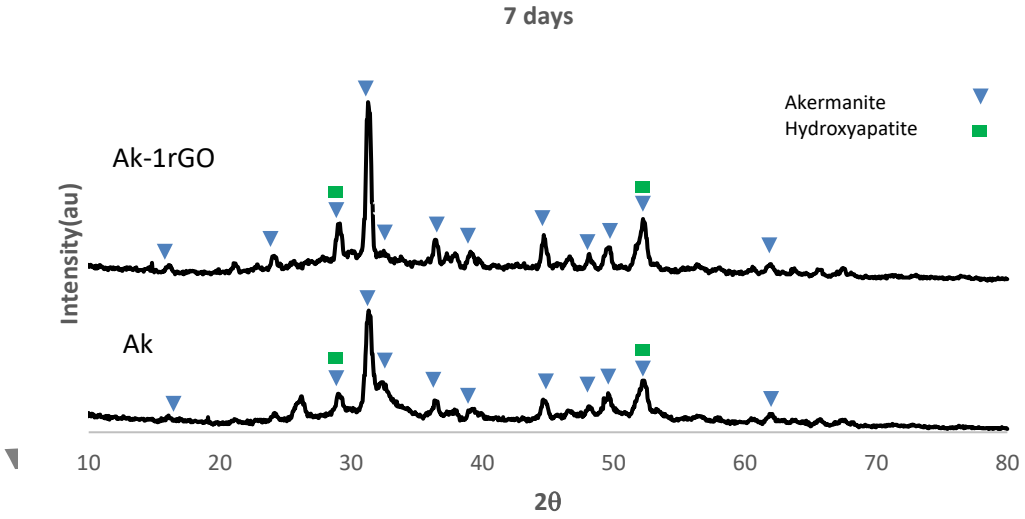
نتایج استحکام فشاری (جدول ۳)، نشان‌دهنده کاهش استحکام از ۱۳ برای نمونه شاهد به ۸ مگاپاسکال برای نمونه کامپوزیتی Ak-1.5rGO است. کاهش استحکام می‌تواند به دلیل افزایش تخلخل و ایجاد ناهمگنی در ریزساختار برای نمونه‌های کامپوزیتی با حضور اکسید گرافن کاهش‌یافته باشد. البته این کاهش برای نمونه با یک درصد وزنی اکسید گرافن کاهش‌یافته کمتر است؛ چراکه ریزساختار نسبت به سایر نمونه‌های کامپوزیتی دارای ناهمنگی کمتری است. نتایج سختی (جدول ۳) نشان می‌دهد که مقدار سختی از ۴۳۵ برای آکرمانیت به ۵۸۸ ویکرز برای Ak-1rGO افزایش یافته اما مجددا برای نمونه AK-1.5rGO سختی به ۳۰۸ ویکرز کاهش‌یافته است. تغییرات عدد چقرمگی نیز همان رویه تغییرات سختی را داشته (جدول ۳) و از ۱/۹ برای نمونه شاهد به ۴/۲ مگاپاسکال رادیکال‌متر برای نمونه Ak-1rGO افزایش یافته اما مجددا به ۲/۷ برای نمونه Ak-1.5rGO کاهش می‌یابد. درحقیقت نمونه Ak-1rGO، به دلیل ریزساختار همگن‌تر از نظر توزیع یکنواخت اکسید گرافن در آن و همین‌طور ریزبودن تخلخل‌ها نسبت به سایر نمونه‌های کامپوزیتی، خواص مکانیکی (سختی و چقرمگی) بهتری از خود نشان می‌دهد. در ضمن استحکام فشاری آن هرچند از نمونه شاهد کمتر است اما نسبت به سایر نمونه‌های کامپوزیتی وضعیت بهتری دارد. بالاتر بودن چقرمگی برای نمونه Ak-1rGO، می‌تواند به دلیل فعال‌تر بودن سازوکارهای افزایش مقاومت به رشد ترک اعم از انحراف مسیر رشد ترک، پل‌زدگی ترک، دورزدگی ترک (پال-اوت[۱۶]) در حضور ورقه‌های اکسید گرافن کاهش‌یافته باشد. به همین دلیل سطح مقطع شکست نمونه Ak-1rGO نسبت به نمونه شاهد، ناهمواری و زبری بالاتری (شکست بین‌دانه‌ای محسوس‌تر) از خود نشان می‌دهد (شکل ۶). درحالی‌که برای نمونه شاهد سطح مقطع شکست نسبتا صاف و با زبری کمتری است.

۳-۴- خواص زیستی

به منظور بررسی خاصیت زیست‌فعالی نمونه‌های Ak (به‌عنوان نمونه شاهد) و AK-1rGO (به‌عنوان نمونه کامپوزیتی باخواص بهینه از لحاظ خواص مکانیکی)، نمونه‌ها به مدت ۳، ۷ و ۱۴ روز در محلول شبیه‌ساز محیط بدن غوطه‌ور شدند. نتایج آزمون تفرق اشعه ایکس برای نمونه‌ها بعد از غوطه‌وری برای مدت سه روز (شکل ۷)، نشان‌دهنده شکل‌گیری هیدروکسی آپاتیت روی سطح هر دو نمونه است. اما برای نمونه کامپوزیتی با یک درصد وزنی اکسید گرافن کاهش‌یافته یک زمینه در طیف تفرق اشعه ایکس وجود دارد که به آمورف بودن بخشی از آپاتیت‌های شکل‌گرفته با حضور اکسید گرافن مربوط است. شدت پیک‌ها برای نمونه کامپوزیتی نسبتا قوی‌تر است که نشان‌دهنده تقویت خاصیت زیست‌فعالی با حضور اکسید گرافن کاهش‌یافته است.



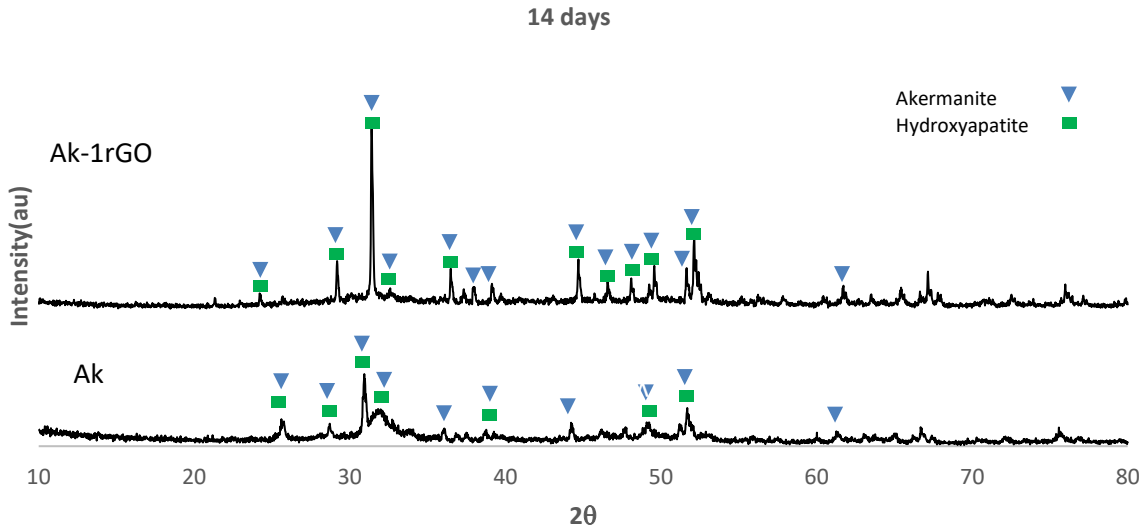
شکل ۷- آنالیز XRD برای نمونه‌های شاهد (آکرمانیت) و Ak-1% rGO. بعد از غوطه‌وری به مدت سه روز در محلول شبیه‌ساز بدن.



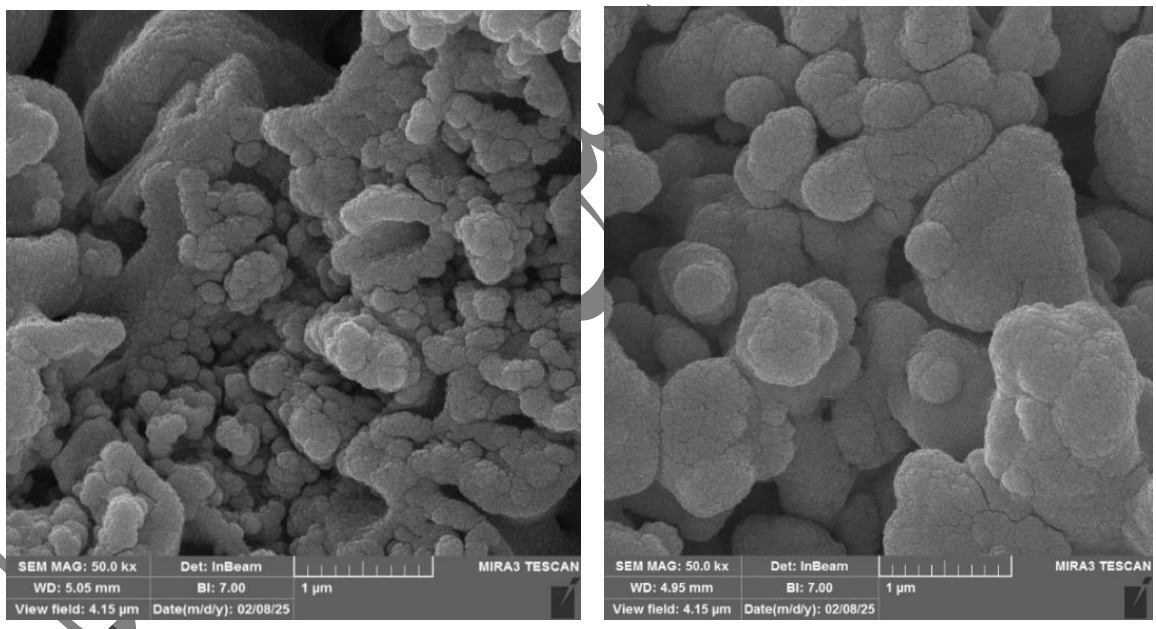
شکل ۸- نتیجه آنالیز XRD برای نمونه‌های Ak و Ak-1% rGO. بعد از غوطه‌وری به مدت هفت روزدر محلول شبیه‌ساز بدن.

برای دو نمونه غوطه‌ورشده در محلول شبیه‌سازی‌شده بدن برای مدت طولانی‌تر (به مدت هفت روز)، نتایج آزمون تفرق اشعه ایکس نشان‌دهنده ظهور تعداد پیک بیشتر برای هیدروکسی آپاتیت (شکل ۸) است. برای غوطه‌وری به مدت ۱۴ روز (شکل ۹)، شدت پیک‌های آکرمانیت کاهش‌یافته و در عوض شدت پیک‌های هیدوکسی آپاتیت افزایش یافته است و نشان می‌دهد با افزایش زمان غوطه‌وری، شکل‌گیری هیدروکسی آپاتیت روی سطح نمونه کامپوزیتی بهبود می‌یابد. این درحالی است که برای نمونه شاهد بهبود زیست‌فعالی در حد نمونه کامپوزیتی نیست. لازم به ذکراست که علاوه‌بر هیدروکسی آپاتیت، انواع آپاتیت هم روی سطح نمونه‌ها شکل می‌گیرند که به دلیل آمورف‌بودن در طیف اشعه ایکس ظاهر نمی‌شوند.

تصاویر میکروسکوپی الکترونی برای نمونه‌های شاهد و کامپوزیتی پس از مدت ۳، ۷ و ۱۴ روز غوطه‌وری در



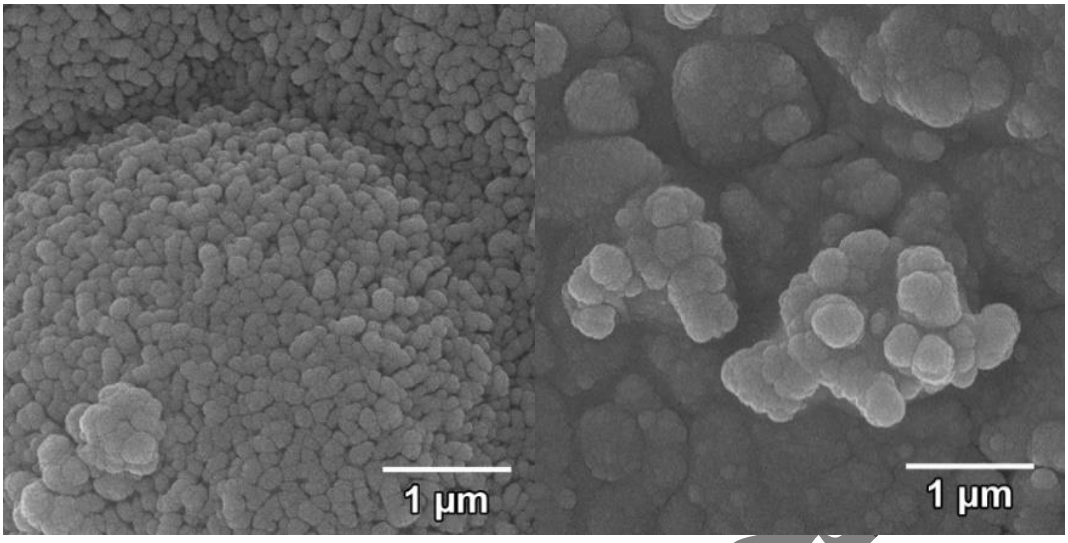
شکل ۹- نتیجه آنالیز XRD برای نمونه‌های Ak و Ak-1% rGO بعد از غوطه‌وری به مدت ۱۴ روز در محلول شبیه‌ساز بدن.



ب: Ak-1rGO **الف: شاهد**

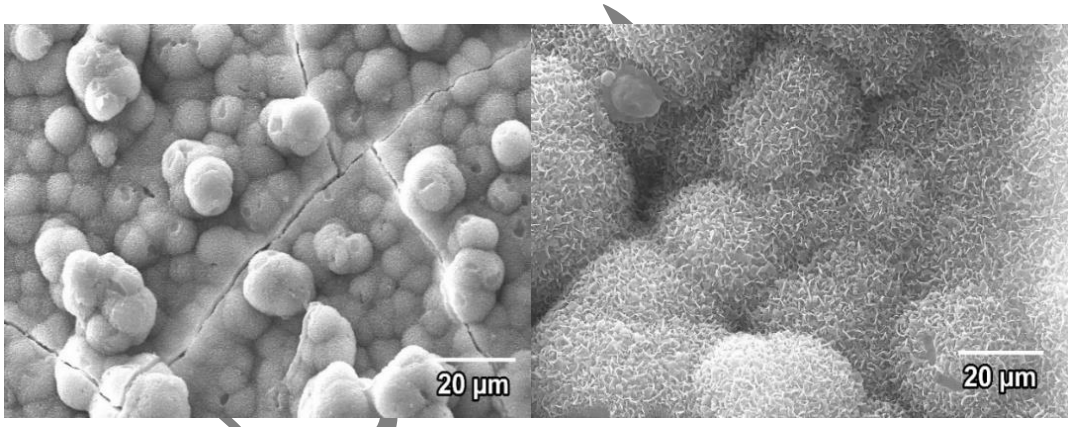
شکل ۱۰- نتایج FESEM: (الف) نمونه شاهد و (ب) نمونه Ak-1rGO پس از سه روز غوطه‌وری در محلول SBF.

شکل‌های (۱۰) الی (۱۲) آمده است که مطابق با آن، به خوبی می‌توان شکل‌گیری آپاتیت و هیدروکسی آپاتیت را مشاهده کرد. وجود رسوبات آپاتیت روی سطح، نشان‌دهنده این است که اکسید گرافن کاهش‌یافته نه‌تنها مانع تشکیل رسوبات آپاتیتی نمی‌شود که حتی شکل‌گیری آن‌ها را نسبت به نمونه شاهد افزایش داده و قابلیت زیست‌فعالی آکرمانیت را افزایش می‌دهد. حضور اکسید گرافن البته تاثیرگذاری قابل‌توجهی بر مورفولوژی و اندازه ذرات آپاتیت زیستی ندارد. با افزایش زمان غوطه وری از ۳ تا ۱۴ روز، مقدار آپاتیت‌های شکل‌گرفته مرتب زیاد شده و پوشش سطحی کامل‌تری از رسوبات آپاتیتی به شکل گل‌کلمی



الف: شاهد **ب: Ak-1rGO**

شکل ۱۱- نتایج FESEM: (الف) نمونه شاهد و (ب) نمونه Ak-1rGO پس از هفت روز غوطه‌وری در محلول SBF.



الف: شاهد **ب: Ak-1rGO**

شکل ۱۲- نتایج FESEM: (الف) نمونه شاهد و (ب) نمونه Ak-1rGO پس از ۱۴ روز غوطه وری در محلول SBF.

برای نمونه‌ها، به‌خصوص برای نمونه کامپوزیتی حاصل می‌شود. پس از سه روز غوطه وری (شکل ۱۰)، شکل‌گیری رسوبات آپاتیت روی سطح نمونه‌ها محدود بوده و تعداد محدودی از رسوبات گل‌کلمی قابل مشاهده است، اما با این وجود برای نمونه کامپوزیتی شکل‌گیری رسوبات وضعیت بهتری دارد و رسوبات ریزتر و با تراکم بالاتری شکل گرفته است. برای مدت ۱۴ روز ترک‌های انقباضی برای نمونه کامپوزینت مشاهده می‌شود (شکل ۱۲-ب) که در ضمن مرحله خشک کردن سطح رخ داده است که می‌تواند به دلیل تراکم و ضخامت بالای رسوبات آپاتیتی باشد و لازم بوده تا سرعت خشک کردن (در سیکل حرارت‌دهی و خنک کردن)، آهسته‌تر باشد. نمونه شاهد تنها پس از ۱۴ روز غوطه‌وری توانسته رسوبات گل‌کلمی از خود نشان دهد (شکل ۱۲-الف). درحالی‌که نمونه‌های کامپوزیتی از همان سه روز، رسوبات گل‌کلمی ریز از خود نشان داده که با افزایش زمان ریزی خود را حفظ نموده اما تراکم آن به‌طور محسوس افزایش می‌یابد (شکل‌های ۱۰-ب، ۱۱-ب و ۱۲-ب).

۴- نتیجه‌گیری

نتایج مشخصه‌یابی نمونه‌های مختلف کامپوزیتی و شاهد نشان می‌دهد:

۱. با افزایش درصد وزنی اکسید گرافن کاهش‌یافته، کاهش چگالی نسبی از ۹۴/۹ برای نمونه شاهد به ۸۹/۳ درصد برای نمونه کامپوزیتی (یک و نیم درصد وزنی اکسید گرافن کاهش‌یافته) و افزایش تخلخل از ۵/۱ برای نمونه شاهد به ۱۰/۷ درصد برای نمونه یک و نیم درصد وزنی را خواهیم داشت.

۲. با افزایش درصد وزنی اکسید گرافن کاهش‌یافته، افزایش چقرمگی از ۱/۹ برای نمونه شاهد به ۴/۲ مگاپاسکال رادیکال متر برای نمونه یک درصد وزنی را داشته اما مجددا به ۲/۷ مگاپاسکال رادیکال متر برای نمونه یک و نیم درصد وزنی کاهش پیدا می‌کند.

۳. نتایج اندازه‌گیری سختی نشان می‌دهد که سختی از ۴۳۵ برای نمونه شاهد به ۵۸۸ ویکرز برای نمونه یک درصد وزنی افزایش یافته اما مجددا به ۳۰۸ ویکرز برای نمونه یک و نیم درصد وزنی کاهش می‌یابد.

۴. با حضور اکسید گرافن کاهش‌یافته، استحکام فشاری کاهش‌یافته و از ۱۳ برای نمونه شاهد به ۸ مگاپاسکال برای نمونه کامپوزیتی یک و نیم درصد وزنی اکسید گرافن می‌رسد.

۵. از بین نمونه‌های کامپوزیتی، همگن‌ترین ریزساختار (ریزی تخلخل‌ها و توزیع همگن آن‌ها)، مربوط به نمونه یک درصد وزنی اکسید گرافن کاهش‌یافته است؛ به همین دلیل بالاترین خواص مکانیکی (چقرمگی و سختی) برای این نمونه حاصل شده است.

۶. نتایج تست‌های زیست‌فعالی برای نمونه شاهد و کامپوزیتی (یک درصد وزنی اکسید گرافن) از سه تا ۱۴ روز، نشان می‌دهد که با حضور اکسید گرافن کاهش‌یافته تشکیل رسوبات آپاتیت روی سطح نمونه کامپوزیتی نسبت به نمونه شاهد، به‌طور محسوسی بهبود یافته است. با افزایش زمان غوطه‌وری از سه تا ۱۴ روز، یک مورفولوژی ریزتر و متراکم‌تری از رسوبات آپاتیتی بر سطح حاصل می‌شود. به عبارتی اکسید گرافن نه‌تنها مانع از تشکیل لایه آپاتیت نمی‌شود بلکه قابلیت زیست‌فعالی را علاوه‌بر خواص مکانیکی افزایش می‌دهد.

۷. اگرچه اصولا هدف، افزایش تمام خواص مکانیکی اعم از چقرمگی، سختی و استحکام فشاری بود، اما به دلیل عدم ترشوندگی و عدم اتصال قوی اکسید گرافن کاهش‌یافته به آکرمانیت و افزایش تخلخل و ناهمگنی در ریزساختار، استحکام کاهش می‌یابد. اما هدف مهم که کاهش تردی آکرمانیت بود نائل شدیم (افزایش چقرمگی). پیشنهاد می‌شود در کارهای بعدی، با اضافه کردن افزودنی‌های مناسب بدون اینکه گروه‌های عاملی روی سطح ورقه‌های گرافن را افزایش دهد، ترشوندگی ان را بهبود داده و با افزایش قابلیت تف‌جوشی‌شدن استحکام آن هم افزایش یابد.

تشکر و سپاسگزاری

این تحقیق حمایت خاصی از موسسات عمومی، صنعتی و غیرانتفاعی دریافت نکرده است.

تضاد منافع

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

سهم نویسندگان

فرزاد مالمیر: طراحی و ایده‌پردازی مطالعه، جمع‌آوری داده‌ها، نوشتن مقاله. **مهدی کلانتر:** طراحی و ایده‌پردازی مطالعه، اعتبارسنجی نتایج، تحلیل و تفسیر داده‌ها، مدیریت منابع، راهنمایی پروژه. **مژده عزیزی:** اعتبارسنجی نتایج، تحلیل و تفسیرداده‌ها. **مسعود مشرفی فر:** نوشتن مقاله.

نسخه پیش از انتشار

واژه‌نامه

1. bone formation
2. osteoblast cell proliferation
3. porous scaffold
4. osteoblast adhesion
5. cell growth motility
6. reduced graphen oxide (rGO)
7. phosphate buffered saline (PBS)
8. cell culture
9. tendency to bone formation
10. simultad body fluid (SBF)
11. energy dispersive X-ray spectroscopy (EDXS)
12. mesenchymal stem cells
13. X-ray diffraction (XRD)
14. field emission scanning electron microscopy (FESEM)
15. poly vinyl alcohol (PVA)
16. pull-out

مراجع

1. Shackelford JF. Bioceramics (1-Advanced ceramics). New Jersey: CRC Press, Taylor and Francis Group; 1999.
2. Mortazavi WAS, Fathi MH. Introduction to biomaterials. 2nd ed. Isfahan: Arkan Publications; 2002. p. 344.
3. Xiong K, Wu T, Fan, Q, Chen, L, Yan, M. Novel reduced graphene oxide/zinc silicate/ calcium silicate. electroconductive biocomposite for stimulating osteoporotic bone regeneration. ACS Appl Mater Interfaces 2017;9(51):1-41. https://doi.org/10.1021/acsami.7b16206
4. Wu C, Chang J. Synthesis and apatite-formation ability of akermanite. Mater Lett. 2004;58(19):2415-2417. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2004.02.039
5. Mojtaba A, Farzad M, Amir S. Preparation and characterization of akermanite/merwinite scaffolds for bone tissue repair. J Biomim Biomater Biomed Eng. 2020;44:73-81. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/JBBBE.44.73
6. Bhatkar VB, Bhatkar NV. Combustion synthesis and photoluminescence study of silicate biomaterials. Bull Mater Sci. 2011;34:1281-1284. https://doi.org/10.1007/s12034-011-0166-5
7. Wu C, Chang J, Zhai W, Ni S, Wang J. Porous akermanite scaffolds for bone tissue engineering: Preparation, characterization, and in vitro studies. J Biomed Mater Res - Part B Appl Biomater. 2006;78(1):47-55. https://doi.org/10.1002/jbm.b.30456
8. Ducheyne P, Hastings GW. Metal and ceramic biomaterials. Vol. 1: Structure. New Jersey: CRC Press, Taylor and Francis Group; 1984.
9. Fariborz T, Caleb A, Keivan D. Synthesis, characterization and formation mechanisms of nanocrystalline akermanite powder. J Mater Res Technol. 2021;11:792-800. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.01.021
10. Mehrali M, Moghaddam E, Shirazi SFS, Baradaran S, Latibari ST. Synthesis, mechanical properties, and in vitro biocompatibility with osteoblasts of calcium silicate–reduced graphene oxide composites. ACS Appl Mater Interfaces. 2014;6(6):3947-62. https://doi.org/10.1021/am500845x
11. Liu XY, Ding CX, Chu PK. Mechanism of apatite formation on wollastonite coatings in simulated body fluids. Biomaterials 2004;25(10):1755−1761. https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2003.08.024
12. Najafinezhad A, Abdellahi M, Ghayour H, Soheily A, Chami A, Khandan A. A comparative study on the synthesis mechanism, bioactivity and mechanical properties of three silicate bioceramics. Mater Sci Eng C 2017;72:259-267. https://doi.org/10.1016/j.msec.2016.11.084
13. Pei F, Chengde G, Cijun Sh, Shuping P. Toughening and strengthening mechanisms of porous akermanite scaffolds reinforced with nano-titania. RSC Adv 2015;5:3498-3507. https://doi.org/10.1039/C4RA12095G
14. Arastouei M, Khodaei M, Atyabi SM, Jafari Nodoushan M. Poly lactic acid-akermanite composite scaffolds prepared by fused filament fabrication for bone tissue engineering. J Mater Res Technol. 2020;9(6): 14540-14548. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.10.036
15. Seyma D, Büsra B. Effect of akermanite powders on mechanical properties and bioactivity of chitosan-based scaffolds produced by 3D-bioprinting. Ceram Int. 2021;47:13912–13921. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.01.258
16. Wu C, Chang J, Ni S, Wang J. In vitro bioactivity of akermanite ceramics. J Biomed Mater Res A 2006;76(1):73-80. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.01.258
17. Ghadiri S, Hassanzadeh-Tabrizi A. Synthesis and characterization of nanoporous calcium magnesium silicate and assessment of the calcination temperature effect on its drug delivery behavior. J Adv Mater Eng. 1397;37(1):69-82. (In Persian) https://doi.org/10.29252/jame.37.1.69
18. Liu XY, Ding CX, Wang, ZY. Apatite formed on the surface of plasma-sprayed coating immersed in simulated body fluid. Biomaterials 2001;22(14):2007-2012.

https://doi.org/10.1016/S0142-9612(00)00386-0
19. Walker LS, Marotto VR, Rafiee MA, Koratkar N, Corral EL. Toughening in graphene ceramic composites. ACS Nano 2011;5(4):3182–3190. https://doi.org/10.1021/nn200319d
20. Stankovich S, Dikin DA, Dommett GHB, Kohlhaas KM, Zimney EJ, Stach EA. Graphene-based composite materials. Nature 2006;442(7100):282–286. https://doi.org/10.1038/nature04969
21. Bódis E, Tapasztó O, Károly Z, Fazekas P, Klébert S, Keszler A, et al. Spark plasma sintering of Si3N4/multilayer graphene composites. Open Chem. 2015;13:484–489. https://doi.org/10.1515/chem-2015-0064
22. Liu J, Yang Y, Hasssinin H, Jumbu N, Deng S, Zuo Q, et al. Graphene-alumina nanocomposites with improved mechanical properties for biomedical applications. ACS Appl Mater Interfaces 2015;8(4):2607-2616. https://doi.org/10.1021/acsami.5b10424
23. Nair M, Nancy D, Krishnan AG, Anjusree GS, Vadukumpully S. Graphene oxide nanoflakes incorporated gelatin–hydroxyapatite scaffolds enhance osteogenic differentiation of human mesenchymal stem cells. Nanotech. 2015;26:161-171. https://doi.org/10.1088/0957-4484/26/16/161001
24. Hedayati F, Jalaly M, Mohammadi S, Mousavi-Khoshdel SM. Synthesis of Co_3O_4/RGO nanocomposite and investigation of its electrochemical properties for supercapacitor applications. J Adv Mater Eng. 1402;42(4):45-59. (In Persian) https://doi.org/10.47176/jame.42.4.1039
25. Rouhi N, Hassanpoor S. Synthesis of template free morphology controlled α-MnO_2 nanorod and electrochemical capacitive study of its RGO nanocomposite. J Adv Mater Eng. 1402;42(3):31-48. (In Persian) https://doi.org/10.47176/jame.42.3.1032
26. Atashgar K, Masoudi R. Radar evasion control of military structures using graphene oxide coating RGO/NiFe2O4 and polynomial profile Monitoring. J Adv Mater Eng. 1401;41(4):61-74. (In Persian) https://doi.org/10.47176/jame.41.4.1009
27. Ghobadi N, Hosseini Moradi SA, Amirzade M. Synthesis and structural, magnetic, and electromagnetic characterization of cobalt ferrite/ reduced graphene oxide composite. J Adv Mater Eng. 1400;40(4):69-83. (In Persian) https://doi.org/10.47176/jame.40.4.23402
28. Aram R, Rasoul R. Changing the wettability of graphene oxide layer using photocatalytic reduction. Iran J Phys Res. 2016,16 (1):19-25. (In Persian) https://doi.org/10.18869/acadpub.ijpr.16.1.19

نسخه پیش از انتشار