

سنتز و مشخصه یابی نانو ذرات بردیجیت و بردیجیت با ناخالصی روی

قربانی هوپه، صفورا^۱؛ اردیانان، مهدی^۲

^۱ دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده فیزیک، دانشگاه دامغان

^۲ استادیار دانشگاه دامغان، دانشکده فیزیک، دانشگاه دامغان

چکیده

در این تحقیق پودر بردیجیت نانوساختار با استفاده از مواد اولیه تترا اتیل ارتوسیلیکات (TEOS)، نیترات کلسیم ۴ آبه و نیترات منیزیم ۶ آبه به روش سل-ژل و آسیاب کاری مکانیکی با اندازه بلورک کمتر از ۵۰ nm تهیه شد. برای سنتز بردیجیت با ناخالصی روی در مرحله اضافه کردن نیترات منیزیم به محلول TEOS نیترات روی به آن اضافه شد. ساختار نمونه ها مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج بررسی ساختاری نمونه ها با استفاده از روش پراش پرتو ایکس (XRD) نشان داد که فاز غالب بردیجیت است ضمن این که اندازه نانو کریستال های بردیجیت کمتر از ۱۰۰ نانومتر می باشد. همچنین آرایش با روی باعث کاهش اندازه بلورک ها می شود.

Synthesis and characterization of nano particle of Bredigite and Zinc doped Bredigite

Ghorbani hooyeh, Safoura¹; Ardyanian, mahdi²

¹ Graduate student, Department of Physics, University of Damghan

² Damghan University, Department of Physics, University of Damghan

Abstract

In this research work Bredigite nanostructure powder with Crystallite size up to 50 nm was synthesized using tetraethyl orthosilicate (TEOS), 4 hydrated Calcium nitrate, and 6 hydrated magnesium nitrate by Sol-gel method and mechanical milling. Zinc doped Bredigite was synthesized by replacing zinc nitrate instead of magnesium nitrate to TEOS. Structural study results by XRD technique describes that the major phase of the samples is Bredigite with crystallite size up to 100nm. Zinc doping leads to decrease of the crystallite size.

مقدمه

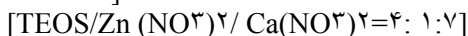
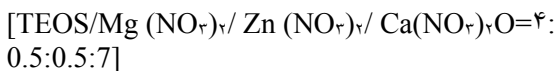
می باشد. مطالعات نشان داده است که نانوسرامیک های زیست فعال پایه سیلیکاتی حاوی منیزیم نسبت به نانوسرامیک های کلسیم فسفاتی دارای خواص مکانیکی بهتری نظیر چقرمگی شکست، استحکام خمشی و مدول یانگ می باشند و همچنین نرخ تخریب و خواص مکانیکی قابل کنترل تری نسبت به کلسیم فسفات دارند. همچنین قابلیت تشکیل آپاتیت شبه استخوان، ترغیب تکثیر سلولهای استئوبلاست توسط محصولات یونی آزاد شده از این نانوسرامیک ها و قابلیت رگزایی در محیط بیولوژیکی گواه بر زیست فعالی و زیست سازگاری خوب آنها می باشد. استفاده گسترده از مواد غیرآلی شامل منیزیم در کاربرد های پزشکی در کانون توجه تحقیقات زیادی قرار گرفته است.

احیا و جایگزینی بافت استخوان از دست رفته ناشی از صدمه و بیماری یک چالش بزرگ جراحی می باشد. زیست سازگاری خوب برخی از نانوسرامیک ها استفاده از آن ها را به عنوان کاشتنی جذاب می کند [1]. در میان بیوسرامیک های نانوساختار، نانوسرامیک های کلسیم فسفاتی دارای خواص هدایت کنندگی استخوان بسیار عالی، زیست فعالی و توانایی تشکیل یک پیوند قوی بین استخوان و کلسیم فسفات می باشند [2] با این حال کاربرد کلینیکی این سرامیک ها به دلیل خواص مکانیکی ضعیف شان به ویژه چقرمگی شکست پایین [3] و نرخ تخریب پذیری بالا [4] محدود شده است. بنابراین یافتن نانوسرامیک های جدید در جهت برآوردن نیازهای جراحی ایمپلنت های ارتوپدی و دندانپزشکی ضروری

بدین صورت که پودر پس از کلسینه شدن داخل محفظه آسیاب ریخته و به مدت ۵ ساعت با سرعت چرخش ۲۵۰ دور بر دقیقه آسیاب شد.

به بردیجیت ناخالصی روی با نسبت مولی (Mg/Zn=0.5/0.5) و (Mg/Zn=0.0/1) اضافه شد.

بدین صورت که از نترات روی ۶ آبه استفاده شد و در مرحله ی ساخت سل به ترتیب با نسبت مولی

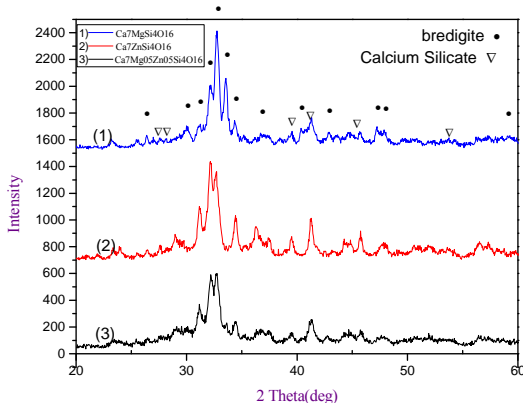


به سل اضافه شد. و تمامی مراحل خشک کردن و آسیاب کردن مانند بالا انجام شد و در نهایت نانو پودرهای بردیجیت و بردیجیت با ناخالصی روی بدست آمد.

بررسی مشخصات نانو پودر بردیجیت

۱. آنالیز پراش پرتو ایکس پودر

در شکل ۱ طیف XRD پودر سنتز شده بردیجیت و بردیجیت آلاینده با ناخالصی روی نشان داده شده است. در الگوی مورد نظر فازهای بردیجیت و کلسیم سیلیکات مشخص شده اند.



شکل ۱: الگوی پراش پرتو ایکس پودر بردیجیت و بردیجیت آلاینده با روی

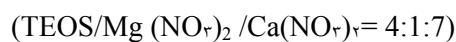
بررسی الگوها با استفاده از کارت های مرجع JCPDS انجام گرفت که حضور فاز بردیجیت با شماره کارت ۰۰-۰۳۵-۰۲۶۰ مورد تایید قرار گرفت. الگوی پراش پودر بردیجیت ساختار

نانو بیوسرامیک بردیجیت از جمله نانوسرامیکهای سیستم سه تایی $MgO \cdot CaO \cdot SiO_2$ می باشد. بردیجیت دارای زیست فعالی بالایی میباشد، هنگام غوطه وری بردیجیت در محلول SBF علاوه بر تشکیل یک لایه هیدروکسی آپاتیت یک لایه غنی از سیلیکا بر روی سطح تشکیل خواهد شد [5]. محصولات یونی حاصل از انحلال بردیجیت تکثیر سلول ها را ترغیب میکند و زیست سازگاری خوبی را نشان می دهد که استفاده از این مواد را در کاربرد های مهندسی بافت برجسته می کند [6]. پوشش دهی با نانوساختار بردیجیت بر روی ایمپلنت های فلزی مخصوصا آلیاژ منیزیم از جمله کاربردهای این نانوماده می باشد [7].

مواد و روش سنتز

نانو ذرات بردیجیت با استفاده از مواد اولیه تترائیل اورتوسیلیکات، نترات کلسیم ۴ آبه و نترات منیزیم ۶ آبه به روش سل-ژل تهیه شدند. بدین صورت که ابتدا TEOS با آب و آسید نیتریک 2-M با نسبت مولی (TEOS/H₂O/HNO₃=1:4:0.08) ترکیب کرده و جهت هیدرولیز شدن به مدت ۳۰ دقیقه روی همزن مغناطیسی قرار گرفت. سپس نترات کلسیم ۴ آبه و نترات

منیزیم ۶ آبه به محلول آماده شده با نسبت مولی



ترکیب کرده و به مدت ۵ ساعت روی همزن مغناطیسی در دمای اتاق هم زده شد. در مرحله ی بعد ژل بدست آمده را در آون در دمای ۶۰°C به مدت ۲۴ ساعت و سپس در دمای ۱۲۰°C به مدت ۴۸ ساعت نگه داری شد تا ژل خشک شود. در این مرحله یک ماده سفید رنگ کلونخه ای حاصل می شود.

برای کلسینه شدن ماده حاصله در دمای ۱۱۵۰°C داخل کوره به مدت ۲ ساعت قرار گرفت [8].

برای بدست آوردن نانو پودر بردیجیت، پس از کلسینه شدن پودر از دستگاه آسیاب مکانیکی شامل ۴ گوی به قطر ۲ سانتی متر و محفظه همه از جنس زیرکونیا استفاده شد.

اورتورومبیک را مشخص می کند و با نتایج سایر پژوهشگران نیز مطابقت دارد [8]. البته همانطور که مشخص است در کنار فاز بریدجیت مقدار کمی فاز کلسیم سیلیکات نیز مشاهده شد. با توجه به الگوهای بدست آمده از طیف XRD نمونه ها با وارد کردن ناخالصی روی، شدت قله ها کم و پهنای آن زیاد شده و در نتیجه اندازه ذرات کوچکتر شده است. قله ارجح در الگوی بریدجیت و $Ca_7ZnSi_4O_{16}$ (۲۵۱) است در حالی که در الگوی $Ca_7Mg_0.5Zn_0.5Si_4O_{16}$ قله ارجح (۲۵۱) و (۲۲۲) می باشد. همچنین در الگوی $Ca_7ZnSi_4O_{16}$ صفحات (۰۰۲) و (۱۰۱) مربوط به اکسید روی است.

و همچنین اندازه کریستالی ذرات را می توان با استفاده از قله ارجح در الگوی XRD تعیین نمود، رابطه شرر وابستگی اندازه ذرات به گستردگی و پهن شدن خطوط پراش را به صورت رابطه (۱) نشان می دهد:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

که در آن λ طول موج بر حسب آنگستروم، θ زاویه پراش، β پهنای قله در نصف شدت بیشینه (بر حسب رادیان) است [9]. اندازه بلورک ها با رابطه ی شرر و داده های XRD به دست آمده و در جدول (۱) درج شده است.

جدول ۱: اندازه نانو بلورک ها با استفاده از داده های XRD

Sample	hkl	2 θ (degree)	D(\AA)	Intensity	FWHM	Crystallite size (nm)
Ca7MgSi4O16	251	32.7327	2.73597	819.23	0.2362	50
Ca7ZnSi4O16	251	32.1649	2.78294	712.60	0.2755	40
Ca7Mg0.5Zn0.5Si4O16	251	32.7066	2.73808	508.74	0.2755	41
Ca7Mg0.5Zn0.5Si4O16	020	32.2208	2.77824	503.03	0.3149	34

نتیجه گیری

در این پژوهش نانو بیو سرامیک بریدجیت با روش سل-ژل تهیه شد که اندازه ذرات آن در مقایسه با روش های گفته شده کوچکتر و زیر ۱۰۰ نانومتر است. همچنین اضافه کردن ناخالصی روی، به آن باعث کوچکتر شدن اندازه ذرات می شود. در

مرجع ها

- [۱] Brodie JC, Goldie E, Connel G, Merry J, Grant MH. "Osteoblast interactions with calcium phosphate ceramics modified by coating with type I collagen." J Biomed Mater Res A, ۷۳(۲۰۰۵) ۴۰۹-۲۱
 [۲] LeGeros RZ., "Properties of osteoconductive biomaterials: calcium phosphates." Clin Orthop Relat Res, ۳۹۵(۲۰۰۲) ۸۱-98
 [۳] Hench LL, Wilson J. "Surface-active biomaterials." Science, ۲۲۶ (۱۹۸۴) ۶۳۰-۶
 [۴] Nonami T, Tsutsumi S. "Study of diopside ceramics for biomaterials." J Mater Sci Mater Med, ۱۰(۱۹۹۹) ۴۷۵-۹
 [۵] Huang XH, Chang J., "Preparation of nanocrystalline bredigite powders with apatite-forming ability by a simple combustion method." Mater. Res. Bull., ۴۳(۲۰۰۸) ۱۶۱۵-۲۰
 [۶] J, Lu JX, Yan YG, Li H, Ma J, Wu XH, "Preparation and characterization of well ordered mesoporous diopside nanobiomaterial". J Nanosci Nanotechnol., ۱۱(۲۰۱۱) ۱۰۷۴۶-9.
 [۷] Wu CT, Chang J, Zhai WY, Ni SY., "A novel bioactive porous bredigite scaffold with biomimetic apatite layer for bone tissue engineering." J Mater Sci. Mater. Med., ۱۸(۲۰۰۷) ۸۵۷-۶۴
 [۸] M. Kouhi, M. Shamanian, M. Fathi, A.Samadikuchaksaraei, A.Mehdipour, pp ۱۰۷۰-۱۰۶۱, April ۲۰۱۶
 [۹] Devi, P. Geetha, and A. Sakthi Velu J. Theo. & App. Phys. (۲۰۱۶): ۸۰-۱