

نویسندگان مسئول:

دکتر علیرضا سوری

نوع مقاله: پژوهشی

صفحههای: ۲۵ تا ۳۴

زبان نشریه: فارسی

تاريخ دريافت:

14.../.2/.0

تاريخ پذيرش:

14.../.4/14

دسترسپذیر در نشانی: www.JICERS.ir arsouri@gmail

شاپا چاپی: ۳۳۵۱–۱۷۳۵

شاپا الکترونیکی: ۳۰۹۷–۲۷۸۳

DOR: 20.1001.1.17353351.1400.17.1.2.3

دکتر علی شانقی،

دانشگاه ملایر

اعمال يوشش نانوساختار هيدروكسيآياتيت-آلومينا-نقره رامیک ایران اعمال شده بر روی سطح آلیاژ منیزیمی AZ31 با روش رسوبدهی الکتروشیمیایی و بررسی خواص نانومکانیکی و ضد باکتری آن

على شانقى'*، عليرضا سورى'*، كيانوش حيدرى'، سعيده قياسوند'

^۱ دانشگاه ملایر، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی مواد ۲ دانشگاه ملایر، دانشکده علوم پایه، گروه زیست شناسی

چکیدہ: پوشش ہای نانوساختار ہیدرو کسی آپاتیت- آلومینا- نقرہ بەدلیل دارا بودن خواصی ہمانند سختی و مدول الاستیک خوب، مقاومت به خوردگی و خاصیت ضد باکتری و زیستسازگاری قابل قبول دارای کاربرد وسیعی در مهندسی پزشکی میباشند. در ایـن تحقیـق پوشـشهـای نانوسـاختار هیدروکسی آپاتیت- آلومینا- نقره به کمک فرآیند رسـوب الکتروشـیمیایی بـر روی سـطح آلیـاژ منیزیم AZ31 اعمال شد، سپس خواص فازی و ساختاری، ریختشناسی، نوع پیوندها، نــوع و درصـد عناصر موجود در پوشش به ترتیب با آنالیزهای FESEM ،FTIR ،GIXRD و EDAX مـورد بررسـی قرار گرفته، همچنین خواص نانومکانیکی پوشش بهوسیله روشهای نانودندانه گذاری در بارهای مختلف ۵۰ و ۵۰۰ میکرونیوتن ارزیابی شده است. نتایج بیانگر تشکیل پوشش نانو ساختار همگن و یکنواخت هیدروکسی آپاتیت- آلومینا- نقره با ضخامت تقریبا ۱/۶ میکرومتر است، که منجر به کاهش سختی سطح نمونه از ۰/۷۲ گیگا پاسکال به ۰/۱۱ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰ میکرونیوتن و ۱/۳۴ گیگاپاسکال به ۰/۲۲ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰۰ میکرو نیوتن گردیده، دلیل این کاهش سختی ناشی از ماهیت متخلخل و ورقهای شکل فاز هیدرو کسی آپاتیت در پوشش است، که با افزایش نیروی نانودندانه گذاری، عمق نفوذ افزایش و مقاومت پوشش نیز در برابر نفوذ فرورونده افزایش یافته که در نهایت منجر به تغییر مدول الاستیک نمونه از ۵۲ گیگا پاسکال به ۳/۵ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰ میکرو نیوتن و از ۴۴/۶ گیگا پاسکال به ۱۰گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰۰ میکرو نیـوتن گردیـده است. نتایج نشان میدهند، اثر مهاری بر رشد باکتری E.Coli پوشش نانوساختار هیدروکسی آپاتیت-آلومینا-نقره به دلیل خاصیت ضد باکتری در اثرحضور عنصر نقره در پوشش کامپوزیتی در مقایسه با زيرلايه آلياژ منيزيم AZ31 به عنوان كنترل است.

کلمات کلیدی: پوشش هیدرو کسی آپاتیت- آلومینا- نقرہ، رسوبدہے الکتروشیمیایی، خواص نانومكانيكي، خاصيت ضد باكتري.

۱- مقدمه

امروزه آلیاژهای منیزیم بهعنوان مواد کاشتنیهای زیست تخریب پذیر، بهدلیل خواص عالی همانند خواص مکانیکی و پتانسیل ساختاری نزدیک به استخوان بدن، چگالی کم، استحکام ویژه بالا، پایداری شیمیایی و قابلیت ماشین کاری خوب باهطور قابل توجهی مورد استفاده قرار گرفتهاند [۱]. در میان آلیاژهای منیزیم، آلیاژ منیزیم AZ31 حـاوی ۳ درصـد وزنـی آلومینیـوم و ۱درصـد وزنی روی است که آلومینیوم منجر به بهبود سختی، استحکام، مقاومت سایش، پایداری شیمیایی در محیطهای مختلف اسیدی و بازی، کارسختی و انعطاف پذیری خواص مکانیکی می گردد، و عنصر روی علاوه بر بهبود خواص مکانیکی، منجر به افزایش

مقالات يژوهشم

DOR: 20.1001.1.17353351.1400.17.1.2.3]

زیستسازگاری آن در بدن میگردد [۲]. منیزیم نقش اساسی در متابولیسمهای سلولی به عهده دارد و میتواند بـهطور کامـل در محیط بدن حل گردد. منیزیم چهارمین کاتیون فراوان در بدن انسان است و در بیشتر متابولیسمها و مکانیزمهای بیولـوژیکی بـدن شركت دارد. پتانيسل الكتروشيميايي منيزيم ٢,٣٧ - ولت است ك_ه سبب ذاتا فعال بودن فلز منيزيم، رخ دادن اكسيداسيون شدید و کاهش مقاومت به خوردگی در این فلز میگردد [۳]. در اثر خوردگی منیزیم، یونهای آزادشده میتوانند در بافتهای بـدن جذب شده یا در طول زمان حذف شوند. بنابراین، نیاز به یک جراحی ثانویه پس از بهبود استخوان برای حذف ایمپلنت از بین می رود [۴]. نرخ تخریب آلیاژهای منیزیم، دلیل اصلی محدودیت یا جلوگیری از استفاده از آنها در مقیاس زیـاد اسـت کـه منجـر بـه افت نسبتا سریع پیوستگی مکانیکی در محیط بدن انسان میگردد. بنابراین، افزایش مقاومت به خوردگی آلیاژهای منیزیم و جلوگیری از افت سریع استحکام آنها از اهمیت بسزایی برخوردار است. روشهای متفاوتی برای افزایش مقاومت به خوردگی و خواص مکانیکی آلیاژهای منیزیم مورد استفاده قرار میگیرد، همانند فرایندهای آنودایزینگ، پوششدهـی و کاشـت یـونی [۵]، در این میان پوششهای زیستسازگار و مقاوم در برابر خوردگی از اهمیت بسـزایی برخـوردار هسـتند [۴–۶]. در میـان پوشـشهـای اعمالی، پوشش هیدروکسی آپاتیت، 2(OH)6(OH)حاوی عناصر کلسیم، فسفات و یون های هیدروکسید، برای تشکیل ساختارهای استخوانی مورد استفاده قرار می گیرد، این پوشش دارای زیستسازگاری عالی، استخوان سازی خوب، سمیت کـم، حلالیت پراکنده، جذب آهسته و پایداری حرارتی است که میتواند درون بدن جذب گردد. بنابراین یک پوشش مناسب برای کاشتنیهای زیست تخریب پذیر منیزیم است. اما ساختار شکننده سرامیکی هیدروکسی آپاتیت مانع استفاده از آن در کاربردهای حامل بار، بهصورت تک فاز گردیده است. استفاده از ساختارهای چند فازی در کنار پوشش هیدروکسی آپاتیت، می توانـد راهکـار مناسبی جهت بهبود رفتار مکانیکی و افزایش عملکرد آن باشد [۷–۱۰] در این میان ترکیبات سـرامیکی، آلومینا بـهعنـوان یـک بیوسرامیک خنثی با زیستسازگاری خوب و پایداری عالی در محیطهای فیزیولوژیکی خورنده همراه با خواص مکانیکی خوب، می تواند به عنوان گزینه ای مناسب جهت ایجاد کامپوزیت هیدروکسی آپاتیت– آلومنیا و استفاده ازآن در کاربردهای حامل بار باشـد. پایداری و کارایی کاشتنیهای ارتوپدی به واکنش بین بافت با کاشتنی و همچنین وجود یک محیط استریل برای کاهش خطر عفونتهای باکتریایی بستگی دارد [۱۱] و جلوگیری از چسبندگی اولیه باکتری برای مهار تشکیل بیوفیلم بسیار مهم است [۱۲]، زیرا که سطوح اصلاح نشده کاشتنیها مستعد ابتلا به عفونتهای باکتریایی است که در نهایت ممکن است منجر به التهاب و تخریب کاشتنی شود. عفونتهای باکتریایی ناشی از پاتوژنهای گرم مثبت و گرم منفی [۱۳–۱۴]، که منجر به تشکیل بیوفیلمها گردیده، با ایجاد عفونتهای استخوانی که باعث دو مرحله جراحیهای تجدید نظر به عنوان درمان اولیه [۱۵] همراه با مصرف آنتی بیوتیک را گردیده است [۱۶–۱۸]. یکی از فرایندهای موثر در کاهش عفونتهای باکتریایی، استفاده از عناصر ضد باکتری در سطوح کاشتنیها است، که در این میان نقره در بسیاری از ابزارهای پزشکی مانند سیمان استخوان، پینهای ثابت کننده ارتوپدی، کاشت دندان و پروتزهای قلبی مورد استفاده قرار گرفته است [۱۹]. خواص ضد میکروبی نقره وابسـتگی زیـادی بـه آزاد سازی یون نقره †Ag [۱۱و ۱۷] واکنش آن با DNA باکتری دارد، که مانع از تکثیر باکتری و غیرفعال شدن باکتری مـی گـردد [۱]. پوششهای هیدروکسی آپاتیت حاوی نقره، خاصیت ضد میکروبی از خود نشان داده اند [۱۸–۲۰]. روشهای متعددی بـرای لایـه نشانی پوشش های هیدروکسی آپاتیت بر روی کاشتنی های فلزی مورد استفاده قرار می گیرند، که عبارتند از: رسوب دهی الکتروشیمیایی [۲۱–۲۲]، فرایند سل-ژل [۲۳]، و روشهای زیست تقلیدی (۲۴]. در ایـن میـان، بررسـی خـواص نـانو مکـانیکی پوشش كامپوزيتي– ألومينا– نقره بهوسيله فرايند رسوبدهي الكتروشيميايي كه داراي مزايايي همانند اعمـال پوشـش بـا خلـوص بالا، کنترل دقیق ضخامت پوشش، کنترل نسبتا ساده پارامترهای پوشش دهی است، کمتر مورد توجه قرار گرفته است. بنابراین، در این تحقیق پوشش نانوساختار هیدروکسی آیاتیت– آلومینا– نقره به کمک فرآیند رسـوب الکتروشـیمیایی بـر روی سـطح آلیـاژ منیزیم AZ31 اعمال گردیده، سپس خواص فازی و ساختاری، ریختشناسی، نوع پیوندها، نوع و درصد عناصر موجود در پوشش به ترتیب بهوسیله آنالیزهای FESEM ،FTIR ،GIXRD و EDAX مورد بررسی قرار گرفته، همچنین خواص نانو مکانیکی پوشش بهوسیله روشهای نانودندانه گذاری در بارهای مختلف ۵۰ و ۵۰۰ میکرو نیوتن ارزیابی شده است. سپس خاصیت ضد باکتری آلیاژهای سنتز شده بر روی باکتری گرم منفی اشرشیاکلی که از مهمترین باکتریهای خانوادهی انتروباکتریاسـه و عامـل شـایع در

مقالات يژوهشر

فصلنامه سراميك ايران دوره ١٧ شماره ١ بهار ١٣٠٠ فصلنامه سراميك ايران دوره ١٢

¹Biomimetic

19

عفونتهای بسیاری از جمله سپسیس، گاستروانتریت، مننژیت نوزادان، عفونت کیسه صفرا و مجاری صفراوی، عفونت زخم، پنومونی، پریتونیت و به ویژه عفونتهای ادراری و نارساییهای کلیوی میباشد بررسی شد. هدف از ایـن تحقیـق اعمـال پوشـش نانوساختار هیدروکسی آپاتیت- آلومینا- نقره بر روی سطح آلیاژ منیزیمی AZ31 با روش رسـوبدهـی الکتروشـیمیایی در دمـای پایین به منظور بهبود همزمان قابلیت زیست سازگاری و خاصیت ضد باکتری در ایمپلنتهای پزشکی است.

۲- فعالیتهای تجربی

ابتدا ورقدي ألياژ منيزيم AZ31 با دستگاه ليزر به ابعاد ۲cm × ۱cm با ضخامت ۲mm ۲ برش داده شد، سيس أمادهسازي سطحي نمونهها بهوسیله سمبادههایی از شمارهی ۸۰۰ تا ۳۰۰۰ مـش و پـولیش بـهوسـیله سوسپانسـیون ألومینـایی حـاوی ذرات ۱ تـا ۳ میکرون انجام شده است. در ادامه با استفاده از حمام التراسونیک به ترتیب در محلول های استون (ساسول، أفریقای جنوبی)، الکل و اَب مقطر به مدت ۱۰ دقیقه عملیات چربیزدایی انجام شده است. در تهیه سوسپانسیون پوشش دهی، کلسیم نیترات چهار آبه (مرک، <۹۹ ٪)، آمونيوم دي هيدروژن فسفات (مرک، <۹۹ ٪)، نيترات سديم (مرک، <۹9 ٪)، ، سـديم هيدروکسـيد (مـرک، <۹۹ ٪)، هیدروژن پراکسید ۳۰ درصد (مرک، <۹۹ ٪)، نیترات نقره و پودر آلومینا (مـرک، <۹۹ ٪)، و آب دی یـونیزه بـا نسـبت های مناسب مورد استفاده قرار گرفته و pH نهایی محلول سوسیانسیون ۴/۵ است و تمام مواد اولیه مرک و با خلوص اًزمایشگاهی هستند. همانطور که سوسپانسیون پوششدهی بر روی همزن مغناطیسی قرار دارد و نمونه جهت اعمال پوشش بـه عنوان کاتد و فولاد زنگ نزن ۳۱۶ بهعنوان آند در آن قرار دارد، پوششدهی بهوسیله فرایند رسوبدهی الکتروشیمایی در جریان ۲ میلی آمپر، ولتاژ ۳ ولت، دمای ۷۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴۰ دقیقه انجام شده است. دستگاه مورد استفاده ما در ایـن پـروژه دستگاه رسوبدهی الکتروشیمیایی ۲۰ أمپر ۱۲ ولتی نوسانی دو قطبی مدل (SL20PRC) ساخت شرکت سیلیکون تبدیل توان بين الملل ايران با برند IPC مي باشد. ساختار فازي پوشش لايه نازك بهوسيله (GIXRD (Philips PW1730) بهوسيله اشعه ايكس Cu Ka با طول موج ۰٫۱۵۴۰۵۶ آنگسترم در ولتاژ ۴۰ کیلو ولت و جریان ۳۰ میلی آمپر در زوایای تفرق ۱۰ تـا ۸۰ درجـه و زاویـه وردی ۳ و ۷ درجه ارزیابی شده است، همچنین پیوندهای شیمیایی و گروههای عاملی پوشش بهوسیله روش سنجش مادون قرمز تبديل فوريه (FTIR) با دستگاه مدل AVATAR ارزيابي شده است. خواص ساختاري، ريخت شناسي، سطح مقطع يوشش تک لايه هيدروكسي أپاتيت ألومينا- نقره بهوسيله ميكروسكوپ الكتروني روبشي گسيل ميداني (FESEM) و توپوگرافي سطحي لايهها بـه وسیله میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) در مقیاس ۵ میکرومتر مورد بررسی قرار گرفت. خواص نانو مکانیکی نمونهها همانند نانو سختی، مدول الاستیک و مکانیزم عمق نفوذ بوسیله AFM و فرورونده بر کویچ (منشوری با زاویـه رأس ۱۴۲/۳ درجـه) و نـرم افزارهای IIINanoscope (بررسی تصاویر) و Triboscope (رسم و بررسی نمودارها) تحت بارهای مختلف اعمالی در جهت ثابت بر روی سطح نمونهها همانند ۵۰ و ۵۰۰ میکرونیوتن مورد ارزیابی قرار گرفت. خاصیت ضد باکتری پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت- آلومینا- نقره در برابر باکتری گرم منفی اشرشیا کلی با روش سنجش میزان کدورت که بیانگر رشد باکتری در محیط کشت، برای الیاژهای کنترل و نمونهی سنتز شده انجام شد به این صورت که از کشت ۱۶تا ۱۸ ساعته باکتری در دمای ۳۷ درجه سانتیگراد در انکوباتور پیش کشت در محیط نوترینت براث تهیه شد. سپس از پیش کشت، ۰٫۵ مک فارلند تهیه شد و ۵ میلی لیتر از کشت تهیه شده در لولههای استریل مجزا، لولهی اول حاوی پوشش هیدروکسی آپاتیت- آلومینا- نقره به عنوان نمونه مورد بررسی، لولهی دوم حاوی آلیاژ منیزیم بدون پوشش به عنوان کنترل ریخته شد. به یک لول ه ه م ۵ میلی لیت ر محیط کشت خالی به عنوان کنترل منفی اضافه شد. بعد از ۶ و ۱۸ ساعت کشت در انکوباتور شیکردار سنجش اثر نمونه ها بر روی روند رشد باکتری مورد نظر با دستگاه اسپکتروفتومتر (Biotek) در ۶۳۰ نانومتر بررسی شد، همچنین از نمونههای بهدست أمده با كشت روى محيط كشت حاوى نوتريت أكَّار تست شمارش كلوني (CFU) انجام شد. جهت افزايش قابليت تكـرارپـذيري و اطمینان از دادهها آزمایشها سه مرتبه تکرار شدهاند.

۳-نتایج و بحث

در شکل ۱ الگوی پراش اشعه x با زاویههای ورودی ۳ و ۷ درجه برای نمونه HA-Al2O3-Ag نشان دهنده ساختار کاملا کریستالی

YV

مقالات يژوهشى

فطلنامه

سراميك

えつ

2010

 \geq

ا شماره

1

) JCoo

پوشش کامپوزیتی با متوسط اندازه بلورک ۳۵ نانومتر است، که با توجه به کارت استاندارد شماره ۲۳۰۸–۹۰۰–۹۶ پوشش هیدروکسی آپاتیت دارای ساختار بلوری هگزاگونال با سه پیک اصلی در زوایای تفرق برابر با ۳۶/۹۳، ۲۵/۵۶، ۲۹/۹۳ درجه به ترتیب مربوط به صفحات بلوری (۱۱۰) و (۰۰۰) و (۰۰۰) است. همچنین فاز آلومینا پوشش با توجه به کارت استاندارد شماره ۲۰۸۸–۹۰۰–۹۶ دارای ساختارکوراندوم با سه پیک ۲۵/۵، ۳۶/۴، ۲۶/۵ درجه به ترتیب مربوط به صفحات (۱۰۰) و (۱۰۰) و (۱۱۳) میباشد. افزایش زاویه ورودی اشعه ایکس از ۳ به ۷ درجه، نشان دهنده افزایش شدت فازهای آلومینا و نقره در ساختار پوشش هیدروکسی آپاتیت– آلومینا– نقره است، که این میتواند ناشی از ساختار لایه ای و متخلخل هیدروکسی آپاتیت باشد که با افزایش عمق نفوذ اشعه ایکس، شدت فازها افزایش یافته است [۹–۱۱]. مقالات يژوهشر

فصلنامه سراميك ايران دوره ١٧ شماره ١ بهار ١٢٠٠ فصلنامه سراميك ايران



شکل ۱− الگوی پراش اشعه x نمونه HA-Al₂O₃-Ag در زاویههای ورودی، الف) ۳ درجه، و ب) ۷ درجه.

در شکل ۲ منحنی FTIR پوشش نانوس اختار هیدروکسی آپاتیت – آلومین ا – نقره، نشان دهنده حضور پیکها در محدوده ^۱-۱۱۰۰cm مربوط به باندهای فسفاتی ۲۹^۳۰^۹۰ در واقع پیکهای در محدوده ^۱-۱۲۹ – ۱۰۰۰ مربوط به پیوندهای فسفاتی P-O، پیکهای ^۱-۷۹۲ cm و ^۲-۳۵ ۲۵۲ نشان دهنده وجود پیوند H-H. و پیک ^۱-۳۵ ۳۴۸۶ نشان دهنده وجود آب در ترکیب می باشد. همچنین پیکهای ^۱-۳۹۵ و ^۱-۳۶۹ و ^۲-۳۵ ۳۷۵۳ به ترتیب مربوط به پیوندهای هیدروژنی HO و گروه هیدروکسیل درساختار هیدروکسی آپاتیت است که مطابق با مقالات [۲۵–۲۶] پهن بود پیکهای آنها بیانگر پایدرای پوشش هیدروکسی آپاتیت است. لازم به ذکر است که وجود پیکهای تیز در نمودار طیف سنجی FTIR نشان از کریستالی بودن بالای پوشش دارد [۲۵].



در شکل ۳ تصاویر FESEM و منحنی EDAX و نقشه عناصر اکسیژن، آلومینیوم، فسفر، کلسیم و نقره در پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت – آلومینا – نقره نشان داده شده که بیانگر ساختار اگلومره شکل، متخلخل و لایهای شکل مربوط به هیدروکسی آپاتیت است که پیرامون آنها را رشتههای نازک فرا گرفته است، که در بزرگنمایی ۱۰۰ هزار برابر ساختار گلی شکل

هیدروکسی آپاتیت به خوبی مشاهده شده است. همچنین در شکل ۳–ج منحنی EDAX حضور عناصر اکسیژن، آلومینیـوم، نقـره، کلسیم و فسفر در پوشش نانوساختار هیدروکسی آپاتیت– آلومینا– نقره و همچنین نقشههـای عنصـری در شـکل۳ نشـان دهنـده توزیع یکنواخت عناصر و نسبت غلظت کلسیم به فسفر حدود ۱/۴ است.







شکل ۳– تصاویر FESEM پوشش نانوساختار هیدروکسی آپاتیت– آلومینا– نقره در بزرگنماییهای الف) ۱۰ هزار برابر و ب) ۱۰۰ هزار برابر، ج) منحنی EDAX، نقشه عناصر منظقه قرمز رنگ شکل الف، د) کلسیم، ه) فسفر، و) اکسیژن، ز) نقره.

[DOR: 20.1001.1.17353351.1400.17.1.2.3]

مطابق مقالات پوشش هیدروکسی آپاتیت خالص بافتی غیریکنواخت داشته و در نواحی مختلف سطح فرورفتگیها و ترکهایی وجود دارد و حضور عناصر نقره در پوشش منجر به ایجاد پوشش پیوسته و تقریبا یکنواختی همراه با حذف تدریجی ترکها شده است [۱۹–۲۰]. در شکل ۴ تصاویر AFM زیرلایه منیزیم AZ31 و پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت– آلومینا– نقره نشان داده شده، که به خوبی بیانگر افزایش زبری سطح پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت– آلومینا– نقره با ماهیت ورقهای شکل پوشش هیدروکسی آپاتیت (مطابق تصاویر FESEM نشان داده شده در شکل ۳) در مقیاس^۲ سام ۵×۵ است. تصویر AFM به خوبی تایید کننده نتایج حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی است.



شكل ۴- تصوير AFM، الف) زيرلايه منيزيم AZ31 و ب) پوشش نانو ساختار هيدروكسى آپاتيت- آلومينا- نقره.

در شکل ۵ خواص نانو مکانیکی زیرلایه منیزیم AZ31 و پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت – آلومینا – نقره بهوسیله روش نانو دندانهگذاری جهت بررسی خواص نانو مکانیکی همانند سختی و مدول الاستیک در بارهای مختلف ۵۰ و ۵۰۰ میکرونیوتن، متناسب با قانون یک دهم ضخامت مورد بررسی قرار گرفته و نتایج آن بطور خلاصه در جدول ۱ ارائه شده است. پوشش نانوساختار هیدروکسی آپاتیت – آلومینا – نقره منجر به کاهش سختی سطح نمونه از ۲۰/۲ گیگا پاسکال به ۲۰۱۱، گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰ میکرو نیوتن و ۱/۳۴ گیگاپاسکال به ۲۲/۰ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰۰ میکرونیوتن گردیده است. دلیل این کاهش سختی ناشی از ماهیت متخلخل و ورقهای شکل فاز هیدروکسی آپاتیت در پوشش است، که حال با افزایش نیروی نانو دندانهگذاری، عمق نفوذ افزایش و مقاومت پوشش نیز در برابر نفوذ فرورونده افزایش یافته که در نهایت منجر به تغییر مدول الاستیک نمونه از ۵۲ گیگاپاسکال به ۲۸ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰۰ میکرونیوتن گردیده است. دلیل این منوانهگذاری، عمق نفوذ افزایش و مقاومت پوشش نیز در برابر نفوذ فرورونده افزایش یافته که در نهایت منجر به تغییر مدول الاستیک نمونه از ۵۲ گیگاپاسکال به ۲۸ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰۰ میکرونیوتن و از ۴۴/۴ گیگا پاسکال به ۱۰ در بار اعمالی ۵۰۰ میکرو نیوتن گردیده است. البته قابل ذکر است که در مقایسه با پوشش هیدروکسی آپاتیت، حضور آلومینا به دلیل سختی بسیار بالایی که دارد و ضریب اصطکاک پایین آن باعث افزایش سختی پوشش و بهبود خصوصیت سایشی پوشش هیدروکسی آپاتیت – آلومینا گردیده و افزایش درصد آلومینا به جهت سختی بالاتر نمونه، منجر بهبود مقاومت در برابر سایش

آپاتیت- آلومینا- نقرہ تحت بار	زمایش دندانه گذاری زیرلایه منیزیم AZ31 و پوشش نانو ساختار هیدروکسی	جدول ۱ -نتايج خلاصه شده أ
	گذاریهای مختلف ۵۰ و ۵۰۰ میکرونیوتن.	

ماکزیمم عمق نفوذ (nm)	سختی (GPa)	مدول الاستيك (GPa)	نمونه	بار اعمالی (µN)	
75	•/٧٢	۵۲	زير لايه AZ31	۵۰	
11.	•/))	٣/۵	HA-alumina- Ag		
١٢٨	1/86	44/8	زير لايه AZ31	۵۰۰	
491	•/۲۲	۱.	HA-alumina- Ag		

٣.

فصلنامه سرامیک ایران دوره ۱۷ شماره ۱ بهار ۲۰۰۰

مقالات يژوهشر



شکل ۵- الف) منحنی نانودندانه گذاری زیرلایه منیزیم AZ31 و پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت- آلومینا- نقره تحت بارگذاریهای مختلف الف) ۵۰ میکرونیوتن و ب) ۵۰۰ میکرونیوتن.

همچنین قابل ذکر است که با اعمال پوشش هیدروکسی آپاتیت- آلومینا- نقره، میزان جابجایی در اثر اعمال بار ثابت در هنگام تغییر نحوه بارگذاری (قسمت افقی نمونه) افزایش یافته که میتواند بیانگر افزایش قابلیت ازدیاد طول سطح نمونه پوشش داده شده در مقایسه با زیرلایه منیزیم AZ31 باشد.

به طورکلی چندین ویژگی مهم در تمایل اولیه و چسبندگی سلولها برسطح ایمپلنت وجود دارد که شامل ریختشناسی سطح ایمپلنت، بار سطحی، رطوبت سطح، آبدوستی ایمپلنت و انرژی آزاد سطحی هستند و ایمپلنتهایی که دارای سطح ناهموار و زبرتری هستند توانایی زیادی در جذب سلولهای استخوانی و به عبارتی دیگر توانایی بالایی در اتصال به استخوان دارند [۲۸]، بنابراین رفتار ضد باکتری پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت– آلومینا– نقره در برابر باکتری گرم منفی E.Coli بوسیله آزمـون شمارش کلونی و کدورتسنجی مورد بررسی قرار گرفته است. عفونتهای ناشی از باکتریهای گرم منفی به اندازه باکتریهای گرم مثبت شایع نیستند، اما اگر این عفونتها رشد یابد و اجازه تشکیل بیوفیلمها را بدهد، میتواند عفونتهای استخوانی را ایجاد نموده و بسیار خطرناک هستند و در نهایت باعث جراحی مجدد می گردند [۱۱]. دادههای آزمون شمارش کلونی بیانگر کاهش تعداد کلونیهای باکتری E.Coli از ۳۴۰ عدد کلونی برای نمونه کنترل به ۵۳ عدد کلونی برای پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت− آلومینا– نقره است. خواص ضد میکروبی نقره وابستگی زیادی به آزاد سازی یون نقره ⁺Ag و واکنش آن با DNA بـاکتری دارد، که مانع از تکثیر باکتری و غیرفعال شدن باکتری می گردد [۱۱].

مطابق شکل ۶، میزان درجه رشد باکتری اشرشیاکلی در هنگام آزمایش کدورتسنجی درمحیط کشت نوترینت بـراث انجـام شـد،

مقارات يژوهشى

فصلنامه سراميك ايران دوره

که همانطور که در شکل ۶ مشخص است رشد باکتری باعث کدر شدن محیط کشت شده است. در تصویر ۶- الف محیط کشت شفاف و نشان دهنده ی اثر مهاری پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت- آلومینا- نقره بر رشد باکتری بوده که نسبت بـه نمونـه ی کنترل به صورت کدر بودن محلول و رشد باکتری قابل مشاهده است.



شکل ۶- آزمایش کدورتسنجی درون لوله آزمایش درمحیط کشت نوترینت براث. الف) پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت- آلومینا-نقره، ب) منیزیم بدون پوشش.

همانطور که در شکل ۷ دیده شده، تعداد کلونیها درنمونهی کنترل به شکل معناداری بیشتر از نمونهی حاصل از کشت پوشش نانو ساختار هیدروکسی آپاتیت– آلومینا– نقره است که بیانگر اثر ضد باکتری پوشش های سنتز شده است.



شكل ۷- نتايج تست شمارش كلونى الف) پوشش نانو ساختار هيدروكسى آپاتيت- آلومينا- نقره ب) نمونهى كنترل.

۴- نتیجهگیری

پوشش نانو ساختار همگن و یکنواخت هیدروکسی آپاتیت – آلومینا – نقره با ضخامت تقریبا ۲/۶ میکرومتر بر روی سطح آلیاژ منیزیم AZ31 با استفاده از فرایند رسوبدهی الکتروشیمیایی در ولتا ۳ ولت، شدت جریان ۲ میلی آمپر در دمای ۷۰ درجه سانتیگراد و مدت زمان ۴۰ دقیقه اعمال شده است. نتایج بیانگر تشکیل پوشش همگن و یکنواخت نانوساختار هیدروکسی آپایتیت – آلومینا – نقره در دمای ۷۰ درجه سانتیگراد است، که منجر به کاهش سختی سطح نمونه از ۲/۷۲ گیگا پاسکال به ۲۰/۱۰گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰ میکرو نیوتن و ۲/۱۴ گیگا پاسکال به ۲۲/۰ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰۰ میکرو نیوتن گردیده، دلیل این کاهش سختی ناشی از ماهیت متخلخل و ورقهای شکل فاز هیدروکسی آپاتیت در پوشش است، که با افزایش نیروی نانودندانهگذاری، عمق نفوذ افزایش و مقاومت پوشش نیز در برابر نفوذ فرورونده افزایش یافته که در نهایت منجر به تغییر مدول الاستیک نمونه از ۵۲ گیگا پاسکال به ۲/۵ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰۰ میکرو نیوتن مدول الاستیک نمونه از ۵۲ گیگا پاسکال به ۲/۵ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰۰ میکرو نیوتن مدول الاستیک نمونه از ۵۲ گیگا پاسکال به ۲/۵ گیگا پاسکال در بار اعمالی در بار اعرابی منجر به تغییر مدول الاستیک نمونه از ۵۲ گیگا پاسکال به ۲/۵ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰ میکرو نیوتن و از ۶/۴۶ گیگا پاسکال به مدول الاستیک نمونه از ۵۲ گیگا پاسکال به ۲/۵ گیگا پاسکال در بار اعمالی ۵۰ میکرو نیوتن و از ۶/۴۴ گیگا پاسکال به مقالات يژوهشر

Downloaded from jicers.ir on 2025-09-03

مقارات يژوهش کننده، سختی و مدول یانگ پوشش افزایش و خواص الاستیکی آن نیز بهبود یافته است. همچنین نقره در پوشش، علاوه بر

نقره اثر ضد میکروبی قوی در برابر گونه های خاصی از میکروارگانیزمها دارد و به صورت انتخاب گر عمل میکند لذا تأثیر سمی کمی در برابر سایر میکروارگانیزمها از خود نشان میدهد. مکانیزمهای متفاوتی برای عملکرد ضـد میکروبـی نقـره گـزارش شـده است. سه مکانیزم اصلی که بیشتر مورد استناد قرار گرفتهاند عبارتند از تخریب غشای سلول، واکنش با گروههای SH موجود در آنزیمها و ایجاد اختلال در متابولیسمهای سلولی و تولید گونههای اکسیژن فعال. بنابراین نتایج ایـن تحقیـق کـه شـامل کـاهش حدود ۸۴ درصدی رشدکلونیهای باکتری E.Coli به دلیل حضور عنصر نقره در پوشش کامپوزیتی در مقایسه با زیـر لایـه آلیـاژ منیزیمAZ31 قابل توجیه است. در نهایت با توجه به هزینهی کم ساخت این نوع پوشش پیشنهاد می شود که در سنتز ایمپلنتها استفاده شود.

بهبود سختی یوشش، باعث شد خواص ضد باکتری گردیده است.

مراجع

- [1] K. Munir, J. Lin, C. Wen, P. F. A. Wright, Y. Li, Mechanical, corrosion, and biocompatibility properties of Mg-Zr-Sr-Sc alloys for biodegradable implant applications, Acta Biomaterialia, vol. 102, pp. 493-507, 2020.
- A. Mohamed, A.M.El-Aziz, H.G. Breitinger, Study of the degradation behavior and the biocompatibility of [2] Mq-0.8Ca alloy for orthopedic implant applications, Journal of Magnesium and Alloys, vol. 7, pp. 249-257, 2019.
- [3] S. Virtanen, "Biodegradable Mg Alloys: Corrosion, Surface Modification, and Biocompatibility," Springer, Boston, MA, pp. 101-125, 2012.
- [4] M. Rahimi, R. Mehdinavaz Aghdam, M. HeydarzadehSohi, A. Hossein Rezayan, M. Ettelaei, Improving biocompatibility and corrosion resistance of anodized AZ31 Mg alloy by electrospun chitosan/mineralized bone allograft (MBA) nanocoatings, Surface and Coatings Technology, vol. 405, 126627, 2020.
- Z. Geng, X. Li, Y. Zhang, E. Lin, S.Z. Kure-Chu, X. Li, X. Xiao, Corrosion resistance and degradation [5] behavior of anodized Mg-Gd alloys: A comparative study, Surface and Coatings Technology, vol. 412, 127042, 2021.
- [6] W. Zai, X. Zhang, Y. Su, H.C.Man, G. Li, J.Lian, Comparison of corrosion resistance and biocompatibility of magnesium phosphate (MgP), zinc phosphate (ZnP) and calcium phosphate (CaP) conversion coatings on Mg alloy, Surface and Coatings Technology, vol. 397, 125919, 2020.
- M. Afifi, M.K. Ahmed, A.M. Fathi, VukUskoković, Physical, electrochemical and biological evaluations of [7] spin-coated ε-polycaprolactone thin films containing alumina/graphene/carbonated hydroxyapatite/titania for tissue engineering applications, International Journal of Pharmaceutics, Vol. 585, 119502, 2020.
- C. Piconi, Alumina Comprehensive Biomaterials, vol. 1, pp. 73-94, 2011. [8]
- N.S. Shahabudin, Z.A. Ahmad, N.S. Abdullah, Alumina Foam (AF) Fabrication Optimization and SBF [9] Immersion Studies for AF, Hydroxyapatite (HA) Coated AF (HACAF) and HA-bentonite Coated AF (HABCAF) Bone Tissue Scaffolds Procedia Chem., vol. 19 pp. 884-890, 2016.
- M. Sattary, M. Rafienia, M.T. Khorasani, H. Salehi, The effect of collector type on the physical, chemical, [10] and biological properties of polycaprolactone/gelatin/nano-hydroxyapatite electrospun scaffold, J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater., vol.107 pp. 933-950, 2018.
- Nathan A. Trujillo, Rachael A. Oldinski, Hongyan Ma, James D. Bryers, John D. Williams, Ketul C. Popat, [11] Antibacterial effects of silver-doped hydroxyapatite thin films sputter deposited on titanium, Materials Science and Engineering: C, vol.32, pp. 2135-2144, 2012.
- [12] P. H. Chua, K.G. Neoh, Z. Shi, E.T. Kang, Structural stability and bioapplicability assessment of hyaluronic acid-chitosan polyelectrolyte multilayers on titanium substrates, J. Biomed. Mater. Res. A, vol. 87A, pp. 1061-1074, 2008.
- J.H. Lee, H.J. Wang, J.B. Kaplan, W.Y. Lee, Microfluidic Approach to Create Three-Dimensional Tissue [13] Models for Biofilm-Related Infection of Orthopaedic Implants, Tissue Eng. C Meth. Vol. 17, pp.39-48, 2011.
- D. Campoccia, L. Montanaro, C.R. Arciola, The significance of infection related to orthopedic devices [14] and issues of antibiotic resistance, Biomaterials, vol. 27 pp. 2331-2339, 2006.
- L. Bernard, P. Hoffmeyer, M. Assal, P. Vaudaux, J. Schrenzel, D. Lew, Trends in the treatment of [15] orthopaedic prosthetic infections, J. Antimicrob.Chemother. vol. 53 pp. 127-129, 2004.
- [16] V.H. Chu, D.R. Crosslin, J.Y. Friedman, S.D. Reed, C.H. Cabell, R.I. Griffiths, L.E.Masselink, K.S. Kaye, G.R. Corey, L.B. Reller, M.E. Stryjewski, K.A. Schulman, V.G. Fowler Jr. Staphylococcus aureus bacteremia in patients with prosthetic devices: Costs and outcomes, Am. J. Med. Vol. 118, pp.1416, 2005
- [17] A.B. Lansdown, Critical Observations on the Neurotoxicity of Silver, Critical Reviews in Toxicology, Vol. 37, pp. 237–250, 2007.

22

فملأامه

سراميك

うれつ

2010

مقالات پژوهشر

- A. Ewald, S.K. Gluckermann, R. Thull, U. Gbureck, Antimicrobial titanium/silver PVD coatings on [18] titanium, Biomed. Engineering, vol. 5, pp. 22, 2006.
- [19] X. Zheng, Y. Chen, Y. Xie, H. Ji, L. Huang, C. Ding, Antibacterial property and biocompatibility of plasma sprayed hydroxyapatite/silver composite coatings, J. Therm. Spray Technol, vol. 18. pp. 463-463, 2009.
- W. Chen, S. Oh, A.P. Ong, N. Oh, Y. Liu, H.S. Courtney, M. Appleford, J.L. Ong, Antibacterial and [20] osteogenic properties of silver-containing hydroxyapatite coatings produced using a sol gel process, J. Biomed. Mater. Res. A, vol. 82A, pp.899-906, 2007.
- [21] Alexandra Ioana Bucur, EmanoilLinul, Bogdan-OvidiuTaranu, Hydroxyapatite coatings on Ti substrates by simultaneous precipitation and electrodeposition. Applied Surface Science, vol.527, 146820, 2020.
- [22] Ting-Ting Li, Lei Ling, Mei-Chen Lin, Qian Jiang, Qi Lin, Ching-Wen Lou, Jia-Horng Lin, Effects of ultrasonic treatment and current density on the properties of hydroxyapatite coating via electrodeposition and its in vitro biomineralization behavior, Materials Science and Engineering: C, vol. 105, 110062, 2019.
- N.F. Mohammad, R.N. Ahmad, N.L. MohdRosli, M.S.Abdul Manan, M. Marzuki, A. Wahi, Sol gel [23] deposited hydroxyapatite-based coating technique on porous titanium niobium for biomedical applications: A mini review, Materials Today: Proceedings, vol. 41, pp.127-135, 2021.
- [24] Changmin Hu, Le Yu, Mei Wei, Sectioning studies of biomimetic collagen-hydroxyapatite coatings on Ti-6AI-4V substrates using focused ion beam, Applied Surface Science, vol.444, pp.590-597, 2018.
- [25] A. Stoch, A. Broz ek, S. Błaz ewicz, W. Jastrze bski, J. Stoch, A. Adamczyk, I. Ro'j, FTIR study of electrochemically deposited hydroxyapatite coatings on carbon materials, Journal of Molecular Structure vol. 651-653, pp.389-396, 2003.
- [26] M. Nabil Salimi, R.H. Bridson, L.M. Grover, G.A. Leeke, Effect of processing conditions on the formation of hydroxyapatite nanoparticles, Powder Technology, vol.218, pp. 109-118, 2012.
- [27] Z. Evis, R. H.Doremus, Coatings of hydroxyapatite - nanosize alpha alumina composites on Ti-6Al-4V, Materials Letters, vol.59, pp.3824-3827, 2015.
- [28] M. Scharin-Mehlmann, A. Häring, M. Rommel, T. Dirnecker, O. Friedrich, L. Frey, D. F. Gilbert, Nanoand Micro-Patterned S-, H-, and X-PDMS for Cell-Based Applications: Comparison of Wettability, Roughness, and Cell-Derived Parameters, Frontiers in Bioengineering and Biotechnology vol. 6, pp.1-13, 2018.