فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۷، شماره‌ی ۳، پاییز ۱۳۹۷

بررسی اثر عوامل فعال سطحی مختلف بر سنتز پودر نانو کامپوزیت β-TCP/HA

مژده آقایی میبدی[۱]، فاطمه میرجلیلی[۲*]، سعید باغشاهی[۳]

[۱] گروه مواد غیرفلزی و حفاظت، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، تهران، ایران

[۲] گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد میبد، میبد، ایران

[۳] گروه علم و مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه بین‌المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

* Fm.mirjalili@gmail.com

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۳ تیر ۱۳۹۷

پذیرش: ۹ دی ۱۳۹۷

کلید واژه:

نانوکامپوزیت β-TCP/ HA، سنتز، روش رسوب شیمیایی، طیف‌سنجی فروسرخ تبدیل فوریه

چکیده:

پودر نانو کامپوزیت بتا تری‌کلسیم فسفات/ هیدروکسی آپاتیت (β-TCP/ HA) از روش رسوب شیمیایی در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت سنتز و شناسایی شد و سپس تأثیر عوامل فعال سطحی مختلف بر پودر حاصل مورد بررسی قرارگرفت. ساختار بلوری و فازهای حاصل با پراش پرتو ایکس (XRD) و طیف سنجی فروسرخ تبدیل فوریه (FTIR) مورد مطالعه قرار گرفت. بررسی اندازه و ریخت‌شناسی ذرات و اگلومراسیون پودرهای به‌دست آمده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و عبوری (TEM) انجام گرفت. مطابق با نتایج به‌دست آمده در نسبت مولی Ca/P=۱/۵۸، pH=۱۰، غلظت ۰/۳ مولار نمک کلسیم و ۰/۱۹۱ مولار نمک فسفات، نانوکامپوزیت بتا تری‌کلسیم فسفات/ هیدروکسی آپاتیت با نسبت ۶۰ به ۴۰ با توزیع اندازه ذرات یکنواخت به‌دست آمد. هم چنین پراکنده ساز Span 20 در مقایسه با Aliquat 336 پراکندگی بهتر ذرات را نشان داد و از آگلومره شدن و چسبیدن ذرات نانو کامپوزیت به یکدیگر پیش‌گیری و امکان تشکیل ذراتی با اندازه ذرات در محدوده ۵۰-۴۰ نانومتر را فراهم آورد.

۱- مقدمه

سرامیک‌ها در سال ۱۹۶۰ میلادی برای کاربردهای ارتوپدی معرفی شدند. استحکام فشاری، سختی بالا و زیست سازگاری بالایی که با بافت زنده دارند از ویژگی‌های کاشتنی‌های سرامیکی است[۳-۱]. بیوسرامیک‌های نظیر آلومینا، زیرکون، فسفات‌های کلسیم و بیوشیشه‌ها اهمیت زیادی در شرایط بیولوژیکی دارند. تحقیقات و پیشرفت‌های انجام شده در زمینه بیوسرامیک‌ها کمک شایانی به سلامتی و بهبود زندگی انسان‌ها کرده‌اند. از این مواد زیستی می‌توان در بدن انسان برای جایگزین کردن بخش‌های استخوانی آسیب دیده استفاده کرد[۵-۴]. با پیشرفت نانوفناوری، ثابت شده است که آپاتیت استخوانی حاوی بلورهای کلسیم فسفات در اندازه‌های نانویی هستند[۶]. تحقیقات بسیار

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

نشان داده‌اند که به‌طور معمول سلول‌های تشکیل دهنده استخوان با سطوح در مقیاس نانویی مواد زیستی در کنش هستند و این ویژگی نانویی در مواد کاشته شده برای جلوگیری از پس زدن آن‌ها بسیار مهم است[۸-۷]. به دلیل ساختار شبه آپاتیت بافت‌های سختی مانند استخوان، مینای دندان و...، از فسفات‌های کلسیم در پزشکی استفاده‌ی گسترده‌ای می‌شود. علاوه بر این بلورهای هیدروکسی آپاتیت با فرمول $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ دارای نسبت Ca/P=۱/۶۷ می‌توانند ۶۹٪ وزن استخوان طبیعی را تشکیل دهند[۹]. هیدروکسی آپاتیت‌ها به عنوان اصلی‌ترین فاز مینرالی تشکیل دهنده استخوان خواصی چون زیست سازگاری بالا، چگالی و ضریب اصطکاک کم، پایداری شیمیایی و مقاومت در برابر خوردگی، کاربردهای فراوانی در بدن به‌ویژه در ترمیم بافت سخت پیدا کرده است[۱۰].

نزدیکی شیمیایی و ساختاری هیدروکسی آپاتیت به فاز مینرالی بافت سخت از آپاتیت بیوسرامیکی ساخته است که در کنار زیست سازگاری بالا قابلیت هدایت سلولی و اتصال زیادی به بافت را نیز داراست[۱۱]. قرارگیری این بیوسرامیک زیست فعال در محیط بدن و در تماس با بافت سخت سبب تشکیل لایه‌ای از هیدروکسی آپاتیت در حد فاصل بافت و کاشتنی خواهد شد. شکل گیری این لایه پیوندی زیست فعال را ما بین بافت و کاشتنی نتیجه خواهد داد[۱۲]. مجموعه این عوامل سبب شده تا این کلسیم فسفات‌ها در ساخت کاشتنی‌های بدن کاربرد بیش‌تری را داشته باشد. از نظر ترمودینامیکی تری‌کلسیم فسفات‌ها در دمای بالا پایدارند این ترکیب کلسیم فسفاتی بر خلاف آپاتیت قابلیت بازجذب دوباره دارد[۱۳]. تری‌کلسیم فسفات نوع آلفا در زمینه پزشکی جایگاه چندانی ندارد، لیکن شباهت‌ها و نزدیکی بیولوژیکی تری‌کلسیم فسفات نوع β به بافت سخت در کنار فعالیت بالا و پاسخ بسیار عالی آن به محیط فیزیولوژیکی، از این کلسیم فسفات بیوسرامیکی تاثیر گذار در زمینه کاربردهای پزشکی همچون ارتوپدی به‌وجود آورده است[۱۵،۱۴] .

β-TCP با فرمول شیمیایی $Ca_3(PO_4)_2$ دارای نسبت ۱/۵ =Ca/P با ساختار بلوری هگزاگونال است که از نوع بیوسرامیک‌های تخریب‌پذیر است[۱۵] . بیشتر کلسیم فسفات‌ها در حضور مقادیر کافی از آب می‌توانند به هیدروکسی آپاتیت تبدیل شوند. به طور کلی درجه حرارت و فشار جزیی آب موجود در اتمسفر، دو فاکتور تاثیر گذار در تبدیل فازهای کلسیم فسفاتی به هیدروکسی آپاتیت محسوب می‌شود[۱۶]. استحاله فازی نمک کلسیم فسفاتی با نسبت Ca/P= ۱/۵ در دمای بالاتر از۸۰۰ درجه سانتی‌گراد سبب تغییر ساختار آپاتیت به β-TCP خواهد شد، در حالیکه ترکیبات کلسیم فسفاتی با نسبت Ca/P= ۱/۶۷ حتی با قرارگیری در این دما نیز ساختار آپاتیتی خود را حفظ می‌کنند. ترکیب شیمیایی بسیار نزدیک کلسیم فسفات‌ها به استخوان طبیعی در کنار ویژگی‌های چون سبکی و پایداری شیمیایی در محیط‌های فیزیولوژیک و عدم تولید پادتن سبب شده تا این دسته از بیوسرامیک‌ها در مهندسی پزشکی بویژه در ترمیم بافت سخت کاربرد موفقیت آمیزی داشته باشند از جمله این ترکیبات می‌توان به تری‌کلسیم فسفات، دی‌کلسیم فسفات، دی‌کلسیم دی‌هیدرات و اکتاکلسیم فسفات اشاره داشت[۱۷]. زیست فعالی مواد کلسیم فسفات و بسیاری از فاکتورها در طی روند سنتز شامل معرف‌ها، ناخالصی‌ها، اندازه بلورها، درجه تراکم، pH و دما بستگی دارد[۱۸]. در صورتی HA در

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

محیط مایع بدن پایدار عمل می‌کند که TCP قابلیت حل شدن داشته باشد. همچنین اصلی‌ترین نقطه ضعف هیدروکسی آپاتیت وکلسیم فسفات‌های دیگر ضعف ذاتی در خواص مکانیکی آن‌ها به‌حساب می‌آید[۱۹]. استحکام پیوندی پایین، تافنس ضعیف و در نهایت تردی بالا و حساسیت زیاد هیدروکسی آپاتیت به رشد ترک زمینه ساز ناپایداری و نابسامانی این بیوسرامیک در طول قرارگیری آن در سیال بدن خواهد شد و کاربرد آن را در محیط‌های فیزیولوژیک تنها به تشکیل فاز دوم کامپوزیت‌های مورد استفاده در بدن مانند پوشش کاشتنی‌های فلزی و پرکننده‌های گرانولی محدود می‌سازد[۲۰]. آزمایشات انحلال در آزمایشگاه و در بدن موجود زنده نشان دادند که سرعت انحلال HA در بدن انسان بعد از ایمپلنت کردن، آن‌قدر پایین است که به شکل‌گیری حداکثر بافت استخوان منتهی نمی‌شود[۲۱]. از طرف دیگر، هنگامی که β-TCP در معرض مایعات فیزیولوژیکی قرار می‌گیرد، به سرعت یون‌های PO_4^{3-} و Ca^{2+} آزاد می‌شوند. این انحلال سریع، به شدت سطح مورد نیاز برای رشد سلولی استخوان را کاهش داده و بنابراین کاربرد آن در موارد پزشکی محدود می‌شود[۲۲].

بنابراین کلسیم فسفات دو فازی شامل HA و β-TCP می‌توانند جهت کنترل قابلیت زیست جذبی مورد استفاده قرارگیرند و نتایج بهینه‌ای را به‌دست آورند. ترکیبات کلسیم فسفات دو فازی (BCP) شامل HA و β-TCP دارای کاربرد زیادی در بدن انسان است. اخیراً تحقیقاتی انجام شده است تا با استفاده از راه‌های مختلف سنتز از جمله مخلوط کردن فسفات‌های کلسیم مختلف در واکنش‌های حالت جامدی، رسوب، روش‌های مخلوط مایعی، رفتار استخوان طبیعی، پیرولیز (گرماکافت)، مایکروویو و فرآیند احتراق، کلسیم فسفاتی دوفازی متشکل از HA و β-TCP را بهبود بخشند[۲۴-۲۲]. نانوساختارهای β-TCP سازگاری زیستی بهتر و خواص مکانیکی مطلوب‌تری نسبت به نمونه‌های میکرومتری در محیط بدن از خود نشان می‌دهد. این کارایی مطلوب زمانی بهینه است که ذرات نانومتری β-TCP از اندازه و شکل یکنواخت و کمترین میزان توده شدن (به هم چسبیدن) برخوردار باشند[۲۵]. بنابراین ضروری است تا ذرات β-TCP به‌صورت نانو تهیه گردیده تا خواص فوق‌العاده را به قطعه جایگزینی در بدن ارائه دهد.

در این تحقیق ذرات کلسیم فسفاتی دوفازی با استفاده از مواد اولیه دی‌آمونیوم فسفات و نیترید کلسیم (کلرید کلسیم) و روش رسوب‌گذاری تهیه شدند که مزایای فراوانی از جمله قابلیت انتخاب محدوده وسیع مواد اولیه مورد استفاده، سادگی و مقرون به صرفه بودن، کنترل اندازه و شکل واگلومراسیون ذرات را فراهم می‌آورند. با توجه به این که ذرات نانو بسیار ریز هستند و مشکل آگلومره شدن و چسبیدن ذرات به هم وجود دارد، برای پراکندگی بهتر ذرات از پراکنده کننده‌های مختلف استفاده شد تا بهترین نوع آن از نظر پراکندگی ذرات و شکل مناسب ذرات کلسیم فسفاتی دوفازی به دست آید.

۲- فعالیت‌های تجربی

۲-۱- مواد اولیه‌ی مورد استفاده در پژوهش

در این پروژه پودر نانوکامپوزیت بتاتری‌کلسیم فسفات و هیدروکسی آپاتیت به روش رسوب‌گذاری سنتز شده است. مواد اولیه برای این سنتز در (جدول ۱) مشخص شده است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

جدول ۱- مواد اولیه مورد نیاز برای سنتز نانوکامپوزیت بتا تری کلسیم فسفات و هیدروکسی آپاتیت

ماده	فرمول شیمیایی	کد
کلسیم نیترات تترا هیدرات	$Ca(NO_3)_2.4H_2O$	Merck prolabo 0308821 142
دی آمونیوم هیدروژن فسفات	$(NH_4).HPO_4$	Merck prolabo A0143307 037
Aliquat336	$C_{25}H_{54}CIN$	Sigma – Aldrich 2923.90.0090
SPAN20	$C_{18}H_{34}O_6$	Sigma – Aldrich 1338.39.2
آمونیاک	NH_4	Merck ZU 282722 850
استون	$(CH_3)CO$	Merck 00100 199

۲-۲- سنتز نانوکامپوزیت بتا تری‌کلسیم فسفات و هیدروکسی آپاتیت

نانوکامپوزیت بتا تری‌کلسیم فسفات و هیدروکسی آپاتیت به روش رسوب شیمیایی با انواع پراکنده کننده‌های مختلف سنتز شد. بدین منظور برای سنتز نانوکامپوزیت بتا تری‌کلسیم فسفات و هیدروکسی آپاتیت، محلول‌های آبی نمک کلسیم با غلظت ۰/۳ مولار و نمک فسفات با غلظت۰/۱۹۱ مولار به صورت جداگانه تهیه شدند. سپس دی آمونیوم هیدروژن فسفات به صورت قطره قطره به مدت ۱ ساعت به محلول کلسیم نیترات تتراهیدرات اضافه گردید. محلول حاصل به مدت ۲۴ ساعت بر روی هم زن مغناطیسی مخلوط گردید تا کاملاً یکنواخت گردد و به مدت ۲۴ ساعت پیرسازی شد. سپس دو محلول آبی حاصل با هم مخلوط شدند و محلول‌های حاصل به‌وسیله مگنت با دور ۱۰۰۰ rpm به هم زده شدند[۵]. در حین به هم زدن محلول واکنش با هم‌زن مغناطیسی، محلول آمونیاک به صورت قطره قطره به سیستم افزوده شده تا pH بر روی ۱۰ تنظیم شود. برای جلوگیری از ورود ذرات گرد و غبار به داخل محلول واکنش، روی آن توسط یک لایه فویل آلومینیومی پوشانده شده است.

در ادامه برای جدایش از محلول واکنش، از کاغذ صافی عبور و با آب مقطر شسته شد. رسوب پودر بتا تری‌کلسیم فسفات و هیدروکسی آپاتیت به دست آمده در این مرحله به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۱۱۰ °C در خشک‌کن، خشک شده و در نهایت به منظور ریزدانگی بیشتر در هاون سرامیکی آسیاب ودر نهایت در دمای ۱۱۰۰°C به منظور دستیابی به ترکیب فازی و ساختار مناسب به مدت ۲ ساعت کلسینه شد[۵].

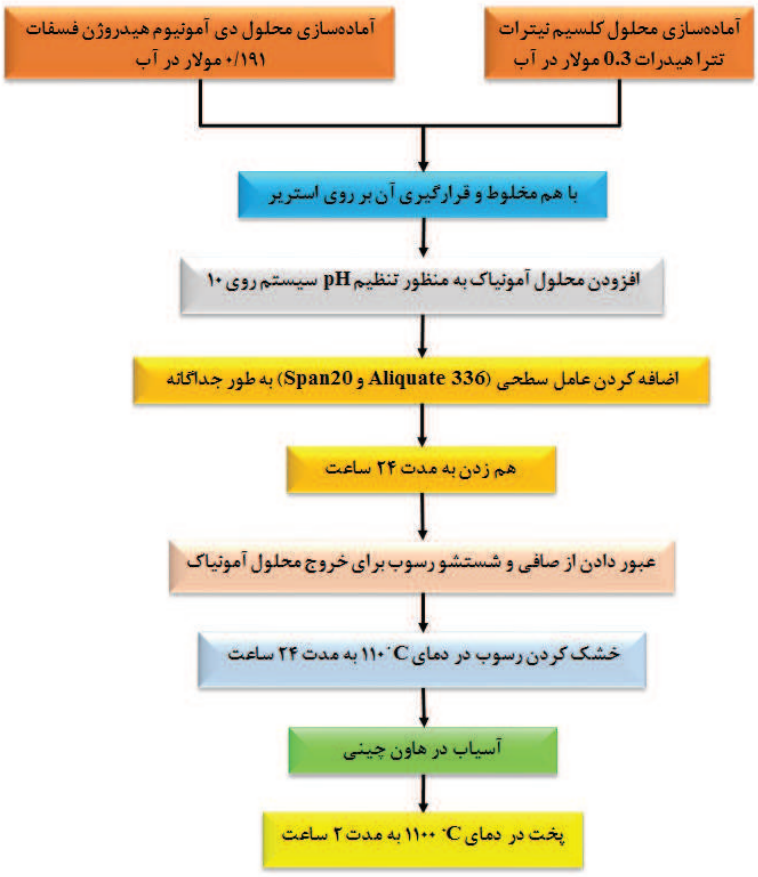
۲-۳- سنتز نانوکامپوزیت بتا تری‌کلسیم فسفات و هیدروکسی آپاتیت در حضور پراکنده‌سازهای مختلف

برای سنتز نانو کامپوزیت بتا تری‌کلسیم فسفات و هیدروکسی آپاتیت در حضور پراکنده ساز، محلول آبی نمک کلسیم با غلظت ۰/۳ مولار و نمک فسفات با غلظت ۰/۱۹۱ مولار تهیه شد. سپس محلول Aliquat 336 و Span 20 تهیه شدند[۲۶،۱۸،۱۴]. شرایط سنتز در این مرحله از آزمایش دقیقاً مشابه مرحله قبلی می‌باشد با این تفاوت که در این مرحله هم‌زمان با به هم‌زدن محلول آبی نمک کلسیم و فسفات، محلول پراکنده ساز Aliquat 336 اضافه

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

شد و به مدت ۲۴ ساعت به هم زده شد. سپس رسوب بر جای مانده بر روی صافی به‌وسیله آب مقطر شسته شد و بعد از خشک شدن در دمای ۱۱۰°C در خشک کن در دمای ۱۱۰۰°C به مدت ۲ ساعت زینتر شده که با کد B1 نمایش داده شده است. به نمونه B2 پراکنده ساز Span 20 اضافه شده و مراحل قبل انجام شده است.



شکل ۱- نمودار کلی روش ساخت نانو ذرات بتا تری‌کلسیم فسفات (نمونه‌های B1-B2) به روش رسوب شیمیایی

جدول ۲- پراکنده سازهای مورد استفاده برای نمونه‌های B1-B2

نمونه	پراکنده ساز
B1	Aliquat 336
B2	Span 20

شناسایی فازها، میزان بلورینگی و در نهایت اندازه بلورک‌ها به روش پرتو X (XRD) به کمک دستگاه پراش پرتو ایکس مدل PW 1800 ساخت شرکت Philips با استفاده از پرتو Cu-Kα در ۴۰ کیلو وات و ۳۰ میلی آمپر در محدوده‌ی زوایا ۶۰-۰ درجه بررسی شده است. آنالیزهای انتقال فوریه فرو سرخ (FTIR) در محدوده موج

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

cm^{-1}(۴۰۰۰–۴۰۰) (در حالت عبوری) به منظور تکمیل و تأیید نتایج به دست آمده از آنالیز XRD با استفاده از دستگاه Thermo Nicolet Nexus انجام شده است.

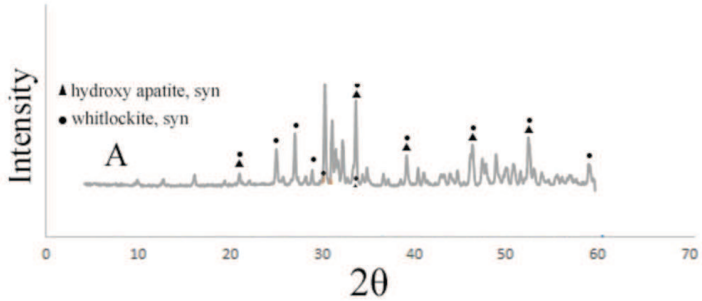
برای بررسی اندازه و ریخت‌شناسی ذرات و اگلومراسیون پودرهای به دست آمده در این بخش از کار، از مشاهدات میکروسکوپ‌الکترونی عبوری (TEM) مدل EM208 ساخت شرکت Philips آلمان استفاده شده است. به منظور مشخصه یابی ریخت‌شناسی و ترکیب شیمیایی عناصر نمونه‌های سنتز شده ابتدا قابلیت رسانایی نمونه‌ها با استفاده از پوشش طلا فراهم گردید. سپس از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-FESEM) مدل PEG ۲۰۰GM ساخت شرکت Philips آلمان برای بررسی ریخت‌شناسی سطح نمونه‌های استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی فازهای تشکیل شده در نمونه‌ها با استفاده از الگوی پراش اشعه ایکس (XRD)

شکل ۲ الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) برای مطالعه فازهای تشکیل دهنده نانوپودرهای A سنتز شده بعد از کلسیناسیون در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت را نشان می‌دهد. با مقایسه پیک‌های موجود در این الگو با اطلاعات موجود در کارت‌های استاندارد (JCPDS09-432) و (JCPDS09-169) مشخص شد که بر اساس شرایط سنتز در نمونه A فاز β-TCP (JCPDS09-169) و HA (JCPDS09-432) تشکیل شده است.

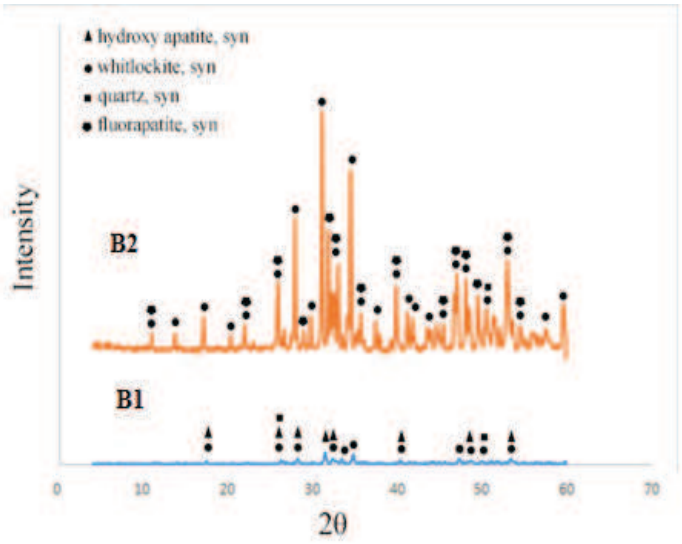
آنالیز XRD مربوط به نانوکامپوزیت‌های β-TCP /HA تهیه‌شده به روش رسوب شیمیایی در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱ ساعت بعد از افزودن پراکنده سازهای20 SPAN و Aliquat در شکل (۳) نشان داده شده است. همان‌گونه که در این تصویر مشاهده می‌شود پیک مربوط به β–TCP فاز اصلی در نمودارهای رسم شده توسط آنالیز XRD را به خود اختصاص داده است. مقایسه بین این دو نمونه اختلاف قابل‌ملاحظه‌ای را بین آن‌ها نشان نمی‌دهد، این موضوع بیانگر عدم تأثیرگذاری پراکنده ساز بر ساختار محصول نهایی می‌باشد. اما همان‌طور که در تصویر مشخص است شدت پیک در نمونه B1 نسبت به نمونه B2 به‌طور قابل‌توجهی کشیده‌تر و بلندتر است. اندازه بلوری نانوکامپوزیت‌ها با استفاده از روش شرر در جدول (۳) ارائه شده است. لازم به توضیح است که با افزایش SPAN، اندازه دانه کاهش یافت، اما با افزودن Aliquat اندازه بلوری به دلیل توده بودن نانو ذرات بالاتر بوده است. که با نتایج حاصل از TEM نیز مطابقت دارد.



شکل ۲- الگوی پراش پرتو X از نمونه A

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]



شکل ۳- الگوی پراش پرتو X از نمونه‌های سنتز شده B1 –B2

جدول ۳- مقایسه اندازه بلورک در نمونه‌ها

کد نمونه	اندازه بلورک (nm)
B1	۱۶۸
B2	۵۶

۳-۲- بررسی پیوندهای تشکیل شده در ساختار نمونه‌ها بوسیله طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR)

به منظور تأیید تشکیل پیوندها در ساختار نانوپودر، طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز نمونه‌ها انجام شد. شکل ۴ طیف FTIR مربوط به پودرهای A بعد از کلسیناسیون در دمای ۱۱۰۰ به مدت ۲ ساعت را نشان می‌دهد. نتایج آنالیز نشان می‌دهد باندهای جذبی در محدوده $800–1000\ cm^{-1}$ (HPO_4^{2-})، $700–730\ cm^{-1}$ (باند فسفات $P_2O_7^{2-}$) و $480–600\ cm^{-1}$ (باند فسفات PO_4^{3-}) نمایانگر گروه‌های فسفات و نشان دهنده β-TCP و در نواحی تقریبی $570\ cm^{-1}$ و $600\ cm^{-1}$ مربوط به حرکات خمشی گروه فسفات در شبکه بلوری هیدروکسی آپاتیت می‌باشند[۳۰-۲۷]. پیک‌های موجود در طول موج‌های $630\ cm^{-1}$ و $3576\ cm^{-1}$ معرف حرکات کششی یون‌های هیدروکسیل موجود در شبکه بلوری هیدروکسی آپاتیت می‌باشد. پیک‌های موجود در $962\ cm^{-1}$، $1043\ cm^{-1}$ و $1088\ cm^{-1}$ نشان دهنده حرکات کششی گروه فسفات در شبکه بلوری هیدروکسی آپاتیت است[۳۱،۲۹].

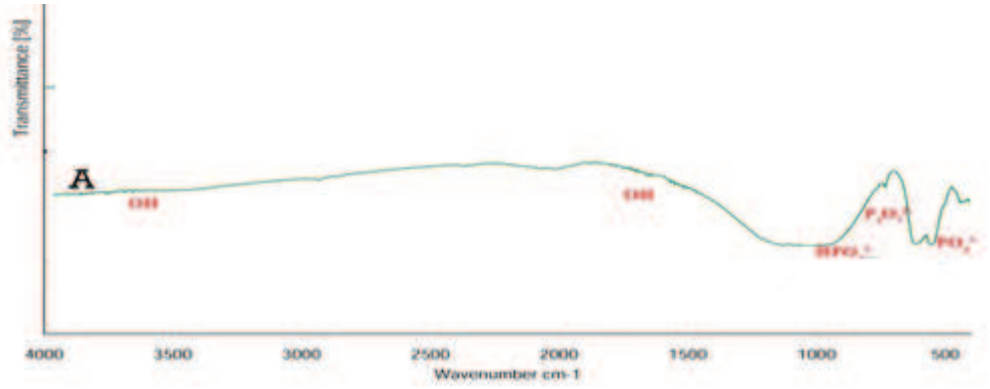
باندهای ظاهر شده در نواحی تقریبی $1650\ cm^{-1}$ و $3420\ cm^{-1}$ مربوط به حرکات ارتعاشی گروه هیدروکسیل آب جذب شده می‌باشد. اغلب به دلیل سطح ویژه بالایی که پودرهای آپاتیتی دارد، مقداری آب در سطح آنها جذب

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

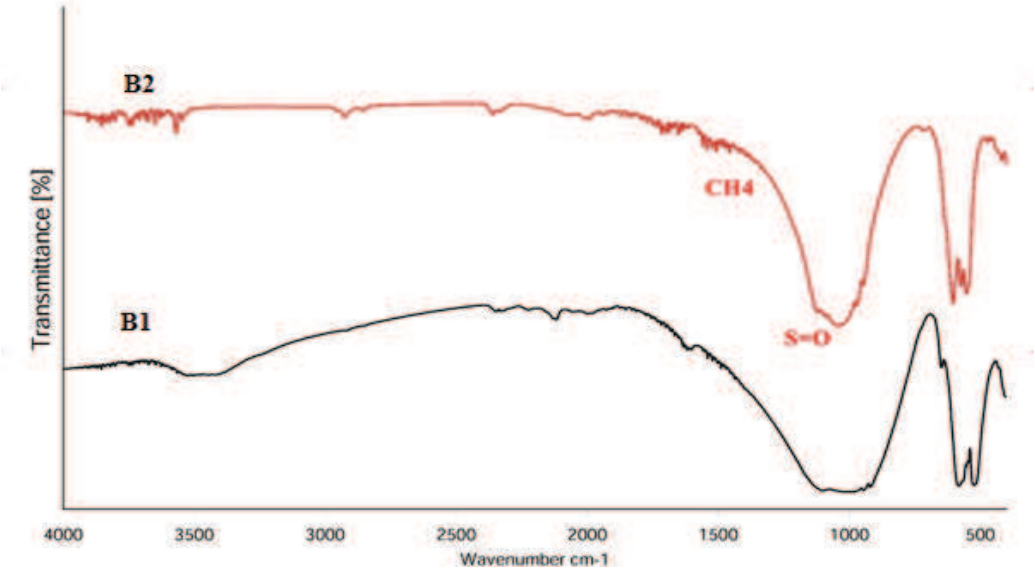
[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

می‌شود. این آب جذب شده با قله $1650\ cm^{-1}$ و $3420\ cm^{-1}$ مشخص شده است[۳۲]. پیک‌های مشاهده شده در نواحی $1989\ cm^{-1}$ و $2076\ cm^{-1}$ مربوط به گروه‌های HPO_4^{2-} و پیک‌های $1650\ cm^{-1}$ و $3420\ cm^{-1}$ مربوط به حرکات ارتعاش گروه هیدروکسیل آب جذب شده هستند[۳۳].

از نانوکامپوزیت HA/β–TCP با پراکنده ساز SPAN و Aliquat تحلیل FTIR صورت گرفت (شکل ۵). به طور کلی نمودار دچار تغییرات خاصی نشده است. تنها تغییر قابل‌توجه در طول موج محدوده $1650\ cm^{-1}$ می‌باشد که شدت طیف در این منطقه افزایش‌یافته است. به نظر می‌رسد این موضوع به دلیل هم‌پوشانی گروه‌های کربناتی با ارتعاشات خمشی نامتقارن گروه متیل در طول موج $1469cm^{-1}$ باشد. طیف مادون‌قرمز همچنین قله‌هایی در محدوده $1200\ cm^{-1}$ را نشان می‌دهد که بیان‌کننده مد ارتعاشی کششی گروه‌های اسید سولفونیک (S=O) موجود در پراکنده ساز است[۳۴، ۳۵].



شکل ۴- طیف سنجی FTIR از نمونه A



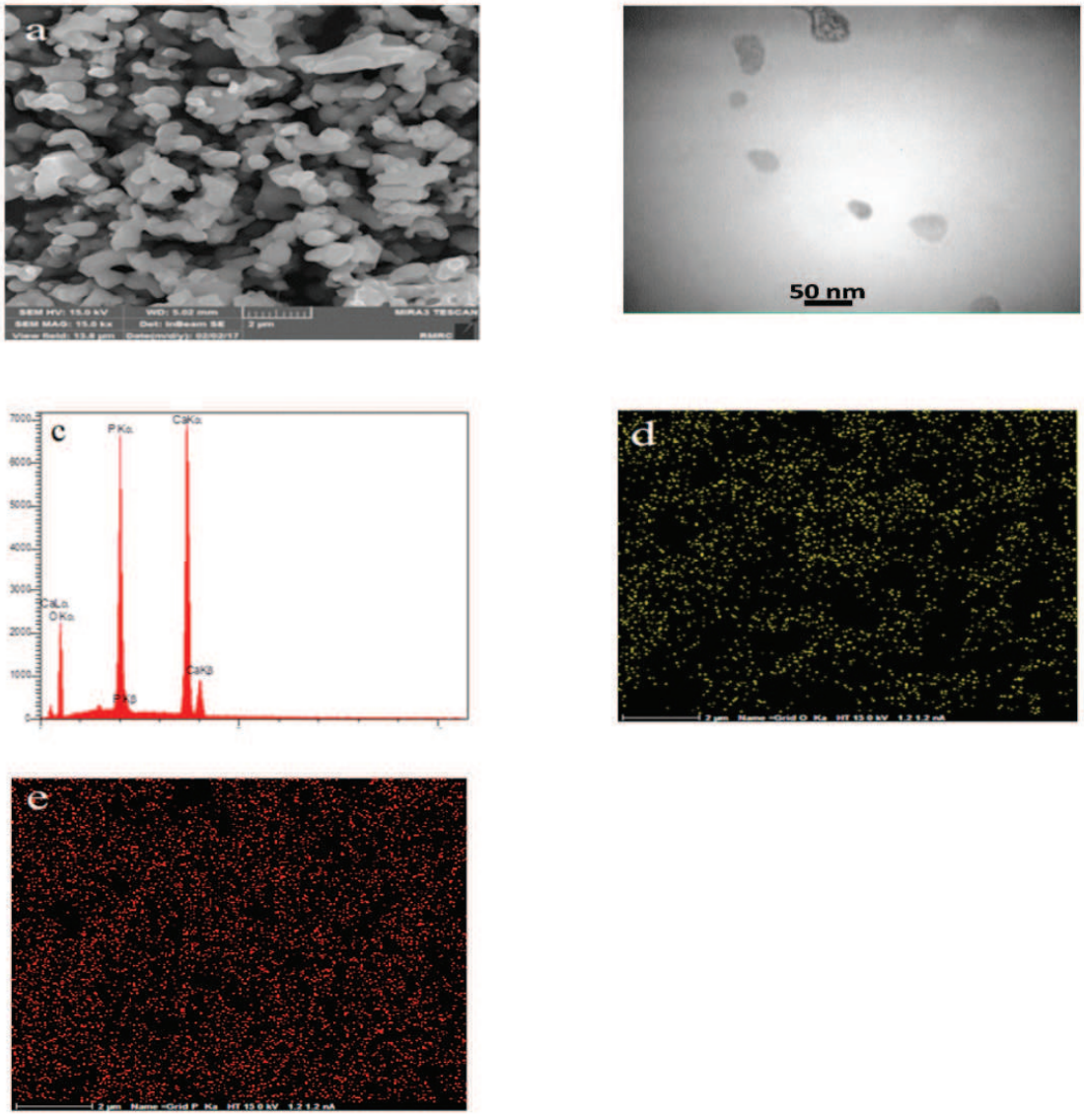
شکل ۵- طیف سنجی FTIR از نمونه‌های سنتز شده B1-B2

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

۳-۳- بررسی ریخت‌شناسی نمونه‌ها بوسیله FESEM و TEM

شکل (b و a)۶ به ترتیب تصاویر FESEM و TEM از پودر کامپوزیتی زینتر شده A در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد که به روش رسوب‌شیمیایی تهیه شده را نشان می‌دهد. با دقت در تصویر FESEM مشاهده می‌شود که بلورها دارای ساختار چندضلعی (که خود نشان‌دهنده تکمیل رشد بلورک‌های کلسیم فسفاتی است) و تا حدودی به‌صورت کروی شکل هستند که به‌طور یکنواختی پراکنده شده است.

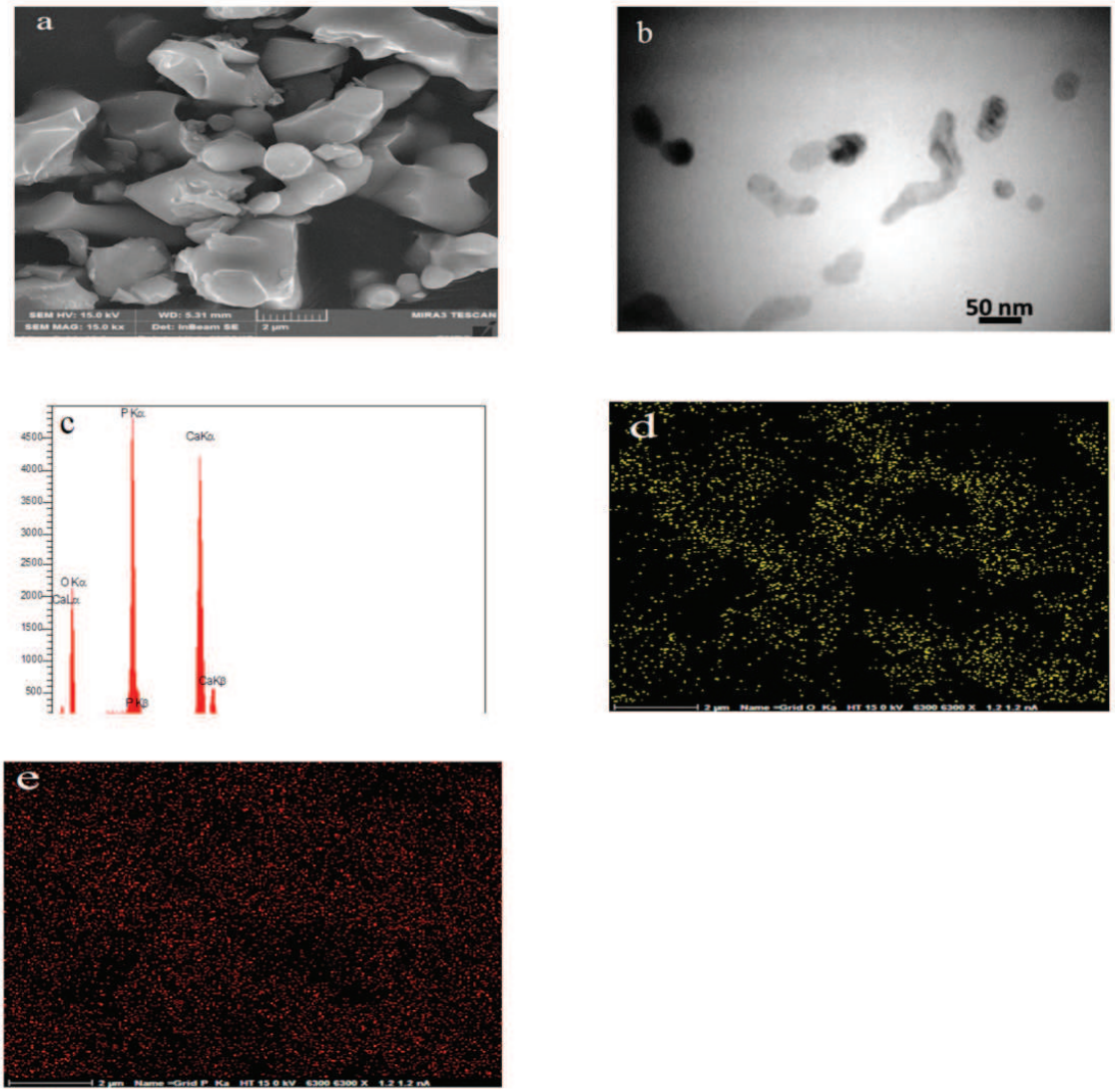


شکل ۶- (a) تصاویر FESEM، (b) TEM، (c) EDS و (d و e) MAP از نمونه A

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

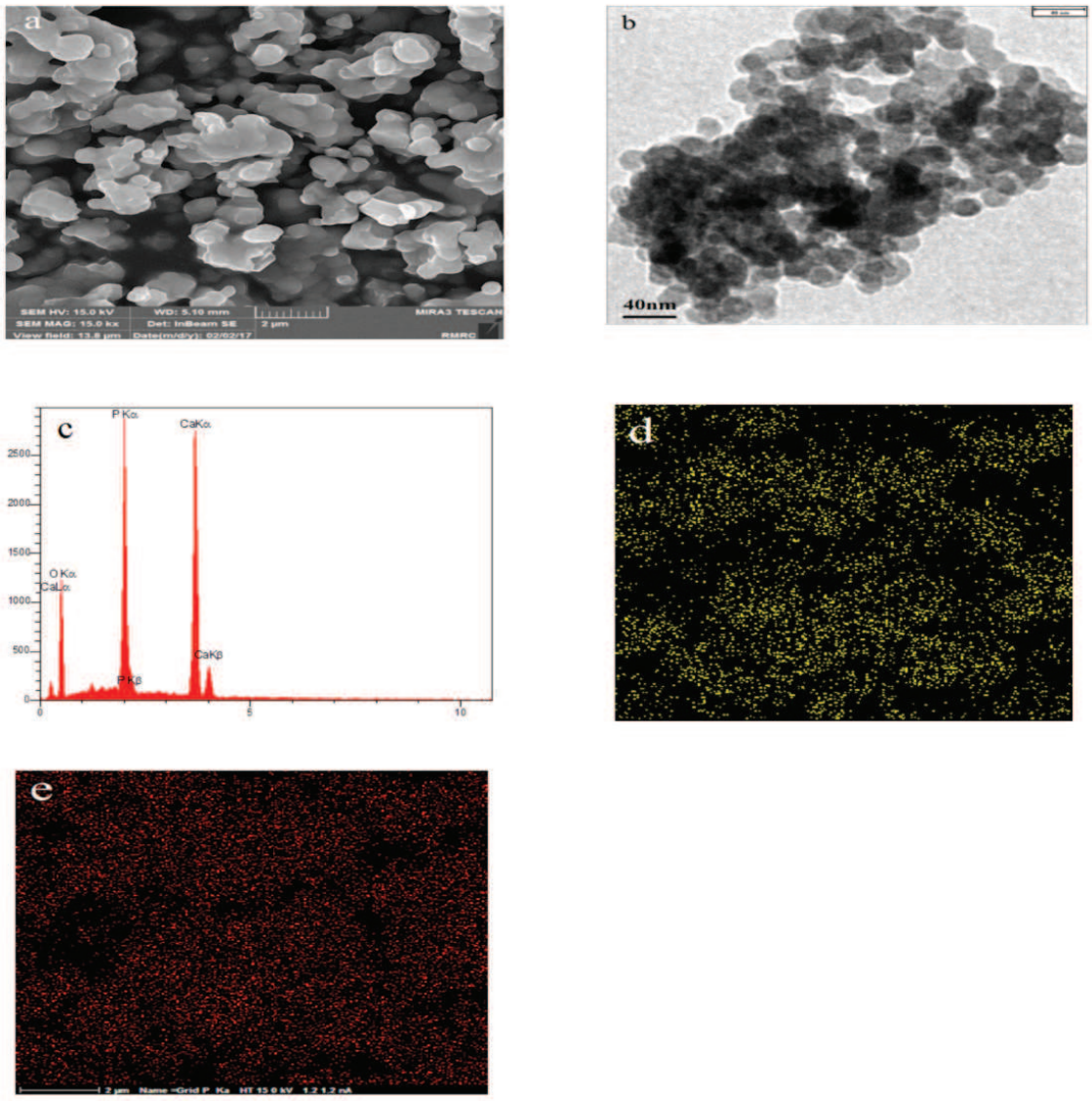
نتایج آنالیز EDS بر روی نمونه مورد نظر در شکل (۶c) قابل‌مشاهده است که نشان دهنده حضور درصد بالایی از عناصر کلسیم و فسفر با نسبت استوکیومتری نزدیک به β-TCP و HA می‌باشد. از طرفی این نتایج می‌تواند تشکیل فازهای کلسیم فسفاتی را تایید کند. نمونه A تأییدکننده حضور فازهای کلسیم فسفاتی می‌باشد. هم چنین آنالیز MAP نیز به خوبی نشان دهنده وجود کلسیم و فسفات در کامپوزیت و پراکندگی مناسب آن‌ها می‌باشد (شکل ۶d و ۶e). شکل (۷a و ۸a) به ترتیب تصاویر FESEM از نمونه B1 و B2 در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد که به روش رسوب شیمیایی تهیه شده را نشان می‌دهد.



شکل ۷- (a) تصاویر FESEM، (b) TEM، (c) EDS و (d و e) MAP به ترتیب از کلسیم و فسفات از نمونه B1

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]



شکل ۸- (a) **تصاویر** FESEM، (b) TEM، (c) EDS **و** (d و e) MAP **از نمونه** B2

با دقت در تصویر FESEM مشاهده می‌شود که بلورها دارای ساختار چندضلعی (که خود نشان‌دهنده تکمیل رشد بلورک‌های کلسیم فسفاتی است) و در برخی نقاط تا حدودی به‌صورت کروی شکل هستند که به‌طور یکنواخت پراکنده شده است. نانوتکنولوژی و کاربردهای آن در زمینه‌های مختلف، چالش‌هایی را در درک و تشخیص رفتار مواد در مقیاس نانو ایجاد می‌کند. دانستن اندازه و توزیع اندازه ذرات، از اطلاعات پیش‌نیاز برای تولید و ساخت محصولات مختلف است. از آنجایی‌که اندازه و توزیع اندازه ذرات، تأثیر زیادی بر روی استحکام مکانیکی، دانسیته و خواص نوری و

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

حرارتی محصول نهایی دارد، تعیین این اندازه‌ها بسیار ضروری‌اند.

از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) برای بررسی اندازه ذرات و ریخت‌شناسی پودر نانوکامپوزیت در این نمونه‌ها استفاده شد (b ۷و b۸). همچنین در میکروگراف TEM از نمونه B2 طیف وسیعی از ذرات با اندازه ۵۰-۴۰ نانومتر وجود دارند که علت اصلی آن انتخاب روش خوب سنتز و نقش پراکنده ساز در این امر می‌باشد. همان‌طور که ملاحظه می‌شود ذرات به طور یکنواخت پراکنده شده‌اند ولی در تصاویر ارائه شده برای نمونه B2 اثری از توده شدن ذرات مشاهده می‌شود قابل ذکر است که اندازه دانه کاملاً منطبق با نتایج ارائه شده در جدول (۳) می‌باشد.

نتایج حاصل از آنالیز EDS در شکل (c ۷ و c ۸) قابل‌مشاهده است که شدت پیک کلسیم و فسفر را نشان می دهد. نتایج کمی حاصل از این آزمون نشان‌دهنده نسبت کلسیم به فسفر نزدیک به کلسیم فسفات‌های است. از سوی دیگر آنالیز MAP یکنواختی توزیع عناصر در نمونه‌های نانوکامپوزیتی را نشان می‌دهد.

۴- نتیجه‌گیری

نانوکامپوزیت HA/β–TCP با استفاده از روش رسوب شیمیایی تهیه و مشاهده شد که با غلظت ۰/۳ مولار نمک کلسیم و ۰/۱۹۱ مولار نمک فسفات نانوکامپوزیت بتاتری‌کلسیم فسفات و هیدروکسی آپاتیت به دلیل خواص فیزیکی و شیمیایی مشابه با آپاتیت معدنی موجود در بدن، تشخیص داده شد. پراکندگی ذرات با استفاده از پراکنده ساز SPAN 20 در مقایسه با Aliquat بهتر است که این سورفکتانت از آگلومره شدن و چسبیدن ذرات به یکدیگر کاسته و امکان تشکیل ذراتی با اندازه ۵۰-۴۰ نانومتر را فراهم می‌کند.

مراجع

[1] A, I. Misions, T. C. Vaimakis, C. C. Trapalis, "The effect of citric acid on the sintering of calcium phosphate bioceramics, "Ceramic international, Vol. 36, pp. 623-637, 2010.

[2] T. V. Thamaraiselvi, S.Rajeswari, "Biological evaluation of bioceramic materials–a review" Trends in Biomaterials and Artificial Organs, Vol.18, pp. 9-17, 2004.

[3] T. Kim, Y. M. Park, D. H. Kim, H. H. Jin, K. Shin, J. S. Jung, CH. ParkH, S. Y. Yoon, "In situ formation of biphasic calcium phosphates and their biological performance in vivo" Ceramics international, Vol. 38, pp. 1965-1974, 2012.

[4] H. Boyang, C. Guilherme, "Polymer-Ceramic Composite Scaffolds: The Effect of Hydroxyapatite and β-tri-Calcium Phosphate., "Materials (Basel), Vol. 11,pp. 129-139,2018.

[5] S. Yamada, D. Heymann, J. M. Bouler,G. Daculsi, "Osteoclastic resorption of calcium phosphate ceramics with different hydroxyapatite/β-tricalcium phosphate ratios, " Biomaterials, Vol. 18, pp. 1037-1041, 1994.

[6] J. M. Bouler, R. Z. Legeros, G. Daculsi, "Biphasic Calcium Phosphates influence of three synthesis parameters on the HA/B-TCP ratio," J.Biomed. Mater. Res. ASI, pp. 680-684, 2000.

[7] Park, Lakes, "Biomaterials, an introduction", Third edition., Springer. ISBN: 78-0-387-37879-4, New York, 1998.

[8] S. Xiaolan, J. Nan, Li. Yukun, Xu. Dayu, Q. Guanzhou, "Synthesis and

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

Chemctelization of Y-Doped Mesopomus CeO_2 Using A Chemical Precipitation Metod", Journal of Rate Earths, Vol. 25, pp. 428-433, 2007.
[9] D. Andrescu, E. Matijevic, D. V. Goia, "Formation of uniform colloidal ceria polyol; Colloid sand Surfaces", A: Physicochem. Eng. Aspects, Vol.29, pp. 93-100, 2006.
[10] E. B. Nery, K. L. Lunch, W. M. Hirthe, U.H. Mueller, "Bioceramic Implant in Surgically Produced Infrabony", J. Priodontal ,Vol. 46, pp. 328-333,1975.
[11] Li. Ming, X. Pan, "An overview of graphene-based hydroxyapatite composites for orthopedic applications", Bioactive Materials,Vol.3,pp.1-8, 2018.
[12] H. Aoki, L. Kato, M. Ogiso ,T. Tabata, "Studies in the Application of Appatite to Dental Materials ," J. Dent. Eng.,Vol. 18, pp. 86-90,1977.
[13] B. Joon, D. Park, "Biomaterials Principles and Application", The Biomedical Engineering Handbook. 2nd Edition, Australia, 2003.
[14] M. Kay, R. Young ,A. Posner,"Crystal Structure of Hydroxyapatite", Nature, Vol. 204, pp. 1050-1052,1964.
[15] S. H. Shahi, S, Karbasi,, "Evaluation of physical and mechanical properties of-tri-calcium phosphate/poly-3-hydroxybutyrate nanocomposite scaold for bone tissue engineering application." , Scientia Iranica F, Vol.24, 1654-1668,2017.
[16] B. Heimann, "A Review of Basic Properties and Applications. Materials Science of Crystalline Bioceramics", CMU. Journal, Vol. 1, 2002.
[17] J. J. Kim, K. S. Lee, K. S," Online Evaluation of Biocomatibility of Porous Hydroxyapatite Developed from Edible Cuttlefish Bone", Key Engineering Materials, Vols. 361-363,pp. 155-158, 2007.
[18] J. Han, H. Song, F. Saito, B. Lee, "Synthesis of high purity nano-sized hydroxyapatite powder by microwave-hydrothermal method", Materials Chemistry and Physics,Vol. 99, pp.235-239,2006.
[19] Y. Li, W. Weng, K. Tam, "Novel highly biodegradable biphasic tricalcium phosphates composed of a-tricalcium phosphate and β-tricalcium phosphate", Acta Biomaterialia,Vol. 3,pp. 251-254,2007.
[20] W. Habraken, J. Wolke, J. A. JansenJ, "Ceramic composites as matrices and scaffolds for drug delivery in tissue engineering", Advanced Drug Delivery Reviews, Vol. 59 , pp. 234-248,2007.
[21] S. Kalita. A. Bhardwaj, A. Bhatt. Himesh, "Nanocrystalline calcium phosphate ceramics in biomedical engineering", Materials Science and Engineering C,Vol. 27,pp. 441-449,2007.
[22] P. Boyne, B. Shapton ," The Ressponse of Surgical Priodntal to Implantation with Ceramic", Trans 4th Ann. Meet. Soc. Biomater,Vol. 42,pp.150-160,1978.
[23] L. Hench, "Bioceramics: From Concept to Clinic", J. Am. Ceram. Soc. Vol. 74. No. 7, pp. 1487-1510,1991.
[24] R. Zhu, R. Yu, J. Yao, D. Wang, J. Ke, "Morphology control of hydroxyapatite through hydrothermal process", J Alloys Compd, pp. 555–559,2008.
[25] J. Kalita, A. Bhardwaj, A. Bhatt, "Nanocrystalline calcium phosphate ceramics in biomedical engineering", Materials Science and Engineering C,Vol. 27,pp. 441-449,2007.
[26] S. Lilian, G. Cynthia, "Preparation, Characterization and biological studies of B-TCP and B-TCP/Al_2O_3 scafolds obtained by gel-casting of foams,"Materials Research, Vol. 20, pp. 973-983,2017.
[27] O. Albayrak," Structural and mechanical characterization of boron doped biphasic calcium phosphate produced by wet chemical method and subsequent thermal treatment", Materials Characterization, Vol. 113 ,pp. 82–89, 2016.
[28] E. Fidancevska, G. Ruseska, J. Bossert,

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]

L. Min, A. Boccaccini, "Fabrication and characterization of porous bioceramic composites based on hydroxy apatite and Titania", Materials Chemistry and Physics,Vol.103, pp.95-100.2007.

[29] S. Pushpakanth, B. Srinivasan, B. Sreedhar, T. Sastiy," An in situ approach to prepare nanorods of titania-hydroxyapatite (TiO_2-HAp) nanocomposite by microwave hydrothermal technique", Materials Chemistry and Physics,Vol. 107, pp.492-498,2008.

[30] F. N. Oktar," Hydroxyapatite-TiO_2 composites", Materials Letters,Vol. 60. pp. 2207-2210, 2006.

[31] S. Nath., R. Tripathi, B. Basu, "Understanding phase stability. Microstructure development and biocompatibility in calcium phosphate-titania composites, synthesized from hydroxyapatite and titanium powder mix",Materials Science and Enginnering C, Vol. 29,pp.97-107,2009.

[32] A. Ruksudjarit, "Synthesis and characterization of nanocrystalline hydroxyapatite from natural bovine bone", Current Applied Physics, Vol. 8, pp. 270–272, 2008.

[33] J. S. Earl, D. J. Wood, S. Milne, "Hydrothermal synthesis of hydroxyapatite", Journal of Physics: Conference Series, Vol. 26, pp. 268–271, 2006.

[34] S. Lee, Y. Lee, Y. Yoon, "Characteristics of calcium phosphate powders synthesized from cuttlefish bone and phosphoric acid", J. Ceram. Proc. Res., Vol. 8, pp. 427-430, 2007.

[35] M. Nagit, T. Nishino, "A new type gas sensor comprising porous hydroxyapatite ceramics", Sensors and Actuators ,Vol. 15, pp. 145-157,1988.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-15]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1397.7.3.3.1]