بسم الله الرحمن الرحيم

دانشگاه علوم پزشکی اردبیل

دانشکده‌ی دندانپزشکی

پایان‌نامه جهت اخذ درجه دکترای حرفه‌ای جراحی دندانپزشکی

عنوان:

ارزیابی خواص سطحی ایمپلنت‌های دندانی پوشش داده شده با نانولوله‌های تیتانیا در زمان‌های مختلف طی فرایند آنودایزینگ الکتروشیمیایی

اساتید راهنما:

دکتر مهدی رهبر

دکتر مهدی فتحی

اساتید مشاور:

دکتر کاظم نجاتی

دکتر عزیز کامران

نگارش:

زهرا سیدهاشمی

شماره‌ی پایان نامه: د/پ/۰۵۹

اسفند ماه ۱۴۰۱

تعهد نامه‌ی اصالت پایان‌نامه

بسمه تعالی

اینجانب زهرا سیدهاشمی دانش آموخته رشته‌ی دندانپزشکی مقطع دکتری حرفه‌ای به شماره‌ی دانشجویی ۹۶۲۶۳۷۰۱۱ گواهی می‌نمایم این پایان‌نامه تحت عنوان **" ارزیابی خواص سطحی ایمپلنت‌های دندانی پوشش داده شده با نانولوله‌های تیتانیا در زمان‌های مختلف طی فرایند آنودایزینگ الکتروشیمیایی"** به راهنمایی اساتید محترم دکتر مهدی رهبر و دکتر مهدی فتحی به‌طور کامل اصل و بدون هرگونه سرقت علمی/ ادبی بر اساس تعریف Plagiarism نگارش شده است و تمام یا قسمتی از آن توسط فرد دیگری در پایان‌نامه یا مراکز علمی دیگر ارائه نشده است. در ضمن اینجانب از مقررات مربوط به عدم رعایت صداقت در ارائه‌ی پایان‌نامه که منجر به مردود شدن و ارجاع به شورای پژوهشی دانشکده می‌شود، اطلاع کافی دارم.

تاریخ و امضاء دانشجو

بدین وسیله اصالت (Originality) و صحت نتایج این پایان نامه مورد تائید اینجانب **دکتر مهدی رهبر و دکتر مهدی فتحی** استاد راهنما می‌باشد.

تاریخ و امضاء استاد راهنمای اول

تاریخ و امضاء استاد راهنمای دوم

سپاسگزارم ،

از خداي مهربانم كه اين فرصت را در زندگي برايم فراهم كرد تا براي فهم اندكي از بيكرانش تلاشي كوچك كنم؛

و سپاسگزاراستاد گرانقدرم جناب آقای دکتر مهدی رهبر و دکتر مهدی فتحی هستم كه با راهنمايي‌ها وكمك‌هاي بيدريغشان دشواري‌هاي راه را برايم هموار و پيمودن مسير را برايم ميسر نمودند، همچنين از جناب آقاي دكتر كاظم نجاتی و جناب آقای دکترعزیز کامران در مسند استادمشاور در این کار تحقیقاتی و در هر چه پربار شدن این اثر کمک‌هایشان همیشه شامل حال بنده بود نیز کمال تشکر را دارم.

و سپاس ويژه از خانواده عزيزم كه همواره در تمامي مراحل زندگي همراهم بوده و هستند.

بدون شک جایگاه و منزلت استاد، اجّل از آن است که در مقام قدردانی از زحمات بی شائبه ی او، با زبان قاصر و دست ناتوان، چیزی بنگاریم.

از استاد گرامیم دکتر مهدی رهبر و دکتر مهدی فتحی بسیار سپاس گذارم چراکه بدون راهنمایی‌های ایشان انجام این پایان‌نامه بسیار مشکل می‌نمود.
از آقایان دکتر کاظم نجاتی و دکتر عزیز کامران نیز به دلیل یاری‌ها و راهنمایی‌های بی چشمداشتشان که بسیاری از سختی‌ها را برایم آسان‌تر نمودند، تقدیر و تشکر می‌نمایم.

ارزیابی خواص سطحی ایمپلنت‌های دندانی پوشش داده‌شده با نانولوله‌های تیتانیا درزمان های مختلف طی فرایند آنودایزینگ الکتروشیمیایی

چکیده:

هدف: تیتانیوم (Ti) و آلیاژهای آن به‌دلیل خواص مکانیکی و شیمیایی بالایی که دارند به‌طور گسترده‌ای به‌عنوان ایمپلنت دندانی مورد استفاده قرار گرفته‌اند. با این حال، بیوانرتی آن‌ها نشان دهنده‌ی یک محدودیت است که می‌توان با استفاده از تغییرات سطحی مختلف، مانند ساخت نانولوله تیتانیا از طریق آنودیزاسیون الکتروشیمیایی، بر آن غلبه کرد. .نانولوله‌های تیتانیا آندی دارای ابعاد قابل تنظیم و ساختارهای منحصر به‌فرد هستند.

مواد و روش ها: آرایه‌های نانولوله تیتانیا TiO_2 بر روی سطح دیسک تیتانیوم با اکسیداسیون آندی دو مرحله‌ای ساخته شدند. آرایه‌های نانولوله TiO_2 با موفقیت با روش آنودیزاسیون دیسک Ti در الکترولیت حاوی مخلوطی از اتیلن گلیکول (EG)، فلوراید آمونیوم (۰/۳ درصد وزنی NH_4F و ۲ درصد حجمی آب دیونیزه شده سنتز شدند. یک منبع تغذیه dc ثابت در ۸۰ ولت از فرآیند آندایزاسیون با زمان‌های مختلف آندایزاسیون استفاده شد. نمونه‌های حاصل در دمای ۵۵۰ درجه‌ی سانتی‌گراد آنیل شدند. آرایه‌های نانولوله TiO_2 توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)، میکروسکوپ نیروی اتمی (AFM) و زاویه‌ی تماس (CA)، آزمون (EDX) و (XRD) مورد مطالعه قرار گرفتند. نانولوله‌های TiO_2 تهیه شده دارای قطر ۳۰-۱۳۰ نانومتر می‌باشد. حداقل قطر آرایه‌های نانولوله TiO_2 تقریباً ۳۰ نانومتر برای ۱۰ ساعت فرآیند آنودیزاسیون بود.

نتایج: تصاویر FE-SEM از نانولوله‌های TiO_2 وجود ساختارهای لوله‌ای کشیده را نشان می‌دهد. الگوی XRD از نانولوله‌های TiO_2 سنتز شده، فاز کریستالی آناتاز TiO_2 را نشان می‌دهد. نتایج ما، اندازه متوسط قطر لوله، در محدوده ۳۰ تا ۱۳۰ نانومتر که نشان داد و طول لوله از ۲ تا ۱۰ میکرومتر و ضخامت دیواره از ۱۰ تا ۲۱ نانومتر افزایش می‌یابد. علاوه بر این، تجزیه و تحلیل میکروسکوپ نیروی اتمی برای بررسی اثر آندایزاسیون بر خواص الکتروشیمیایی و سطحی لایه‌های نازک تیتانیوم آمورف انجام شد.

کلمات کلیدی: ایمپلنت دندانی، نانوتیتانیا، خواص سطحی، آندایزینگ الکتروشیمیایی

فهرست مطالب

عنوان **صفحه**

فصل اول: معرفی پژوهش

۱-۱. بیان مسئله ۲

۱-۲. اهداف پژوهش ۵

۱-۳. هدف کلی ۵

۱-۴. اهداف اختصاصی ۵

۱-۵. اهداف کاربردی ۶

۱-۶. سؤالات و فرضیه‌های پژوهش ۶

۱-۷. تعریف واژه‌ها ۷

فصل دوم: مبانی نظری و پیشینه‌ی پژوهش

۲-۱. مقدمه ۱۱

۲-۲. بیان مسئله ۱۳

۲-۲-۱. ایمپلنت‌های دندانی ۱۶

۲-۲-۲. طبقه‌بندی ایمپلنت‌های دندانی ۱۷

۲-۲-۲-۱. ایمپلنت‌های درونی ۱۹

۲-۲-۳. شل شدن ایمپلنت‌های دندانی ۱۸

۲-۲-۴. استئواینتگریشن ۲۰

۲-۲-۵. سطوح و زیست‌سازگاری ۲۲

۲-۳. تکامل تکنولوژی مواد پزشکی ۲۳

۲-۳-۱. تیتانیم به عنوان بیومتریال ۲۴

۲-۳-۲. پاسخ‌های بیولوژیکی ایمپلنت ۲۵

۲-۳-۳. نانو مواد و زیست سازگاری ۲۶

۲-۴. اصلاح سطح دی‌اکسید تیتانیوم در مقیاس نانو ۲۹

۲-۴-۱. علت و روش‌های اصلاح سطح کاشتنی‌های دندانی ۳۱

۲-۴-۲. خوردگی بیومواد فلزی ۳۲

۲-۴-۳. عدم کارایی ایمپلنت‌های دندانی ۳۳

۲-۵. کنترل سطح فصل مشترک استخوان با ایمپلنت ۳۴

۲-۵-۱. روش‌های فیزیکی/ شیمیایی ۳۴

۲-۵-۲. روش‌های بیوشیمیایی ۳۵

۲-۶. طرح استفاده از بیومتریال‌ها و بیوتکنولوژی نانولوله‌های TiO_2 ..... ۳۷
۲-۶-۱. نقش حضور نانولوله‌های TiO_2 در سطح ۳۷
۲-۶-۲. آرایه‌های نانولوله‌های تیتانیم دی‌اکسید ۳۸
۲-۶-۳. تیتانیم و دی‌اکسیدتیتانیم (تیتانیا) ۳۹
۲-۶-۴. فازهای دی‌اکسیدتیتانیوم (آناتاز، بروکیت و روتیل) ۴۱
۲-۶-۵. کاربردهای اکسید تیتانیم ۴۱
۲-۶-۵-۱. عملکرد نانوذرات دی‌اکسیدتیتانیم در پوشش‌های تصفیه کننده‌ی هوا ۴۲
۲-۶-۵-۲. نانوپوشش‌های هوشمند خود تمیزشونده ۴۲
۲-۶-۵-۳. سازوکار نوری و آبدوستی نانو ذرات دی‌اکسید تیتانیم ۴۲
۲-۶-۵-۴. نانوپوشش‌های هوشمند زیست فعال ۴۲
۲-۶-۵-۵. رنگدانه ۴۴
۲-۶-۵-۶. فرم‌های صنعتی دی‌اکسید تیتانیم ۴۵
۲-۷. نانولوله‌های تیتانیم دی‌اکسید و ساخت آن‌ها ۴۲
۲-۷-۱. ساخت آرایه‌های منظم نانولوله TiO_2 به روش قالب‌گیری مستقیم ۴۲
۲-۷-۲. ساخت آرایه‌های منظم نانولوله TiO_2 به روش هیدروترمال ۴۸
۲-۷-۳. ساخت آرایه‌های منظم نانولوله TiO_2 به روش الکترواسپینینگ ۴۹
۲-۷-۴. ساخت آرایه‌های منظم نانولوله TiO_2 به روش آنودایزینگ ۵۱
۲-۷-۵. ساخت آرایه‌های منظم نانولوله TiO_2 به روش آنودایزینگ الکتروشیمیایی ۵۲
۲-۸. عملیات حرارتی ۵۵
۲-۸-۱. تبدیل فاز آمورف به آناتاز ۵۵
۲-۸-۱. تبدیل فاز آناتاز به روتیل ۵۶
۲-۹. مروری بر پیشینه‌ی پژوهش ۵۷

فصل سوم: مواد و روش‌ها

۳-۱. نوع مطالعه و روش پژوهش ۶۱
۳-۲. جامعه‌ی آماری پژوهش ۶۱
۳-۳. حجم نمونه و روش نمونه‌گیری ۶۱
۳-۴. ابزار و روش گردآوری داده‌ها ۶۲
۳-۴-۱. مواد اولیه مورد استفاده در این کار تحقیقاتی ۶۲
۳-۵. آماده‌سازی نمونه‌های ایمپلنت‌های تیتانیومی TI6AL4V ۶۳
۳-۶. آماده‌سازی سامانه‌ی کنترل پارامترها ۶۴
۳-۷. الکتروپولیش ۶۶
۳-۸. آنودایزینگ الکتروشیمیایی ۶۷

۳-۹. آنودایزینگ الکتروشیمیایی در حمام آلی ۶۷
۳-۱۰. مطالعات میکروسکوپی ۶۸
۳-۱۱. آزمون عملیات حرارتی ۶۹
۳-۱۲. آنالیز پراش پرتو ایکس XRD ۶۹
۳-۱۳. بررسی آبدوستی و آبگریزی ۷۰
۳-۱۴. بررسی توپوگرافی سطح نانولوله‌ها ۷۲
۳-۱۵. کدگذاری نمونه‌ها ۷۲
۳-۱۴. جدول متغیرها ۷۲
۳-۱۳. روش تجزیه و تحلیل داده‌ها و بررسی آماری ۷۲
۳-۱۴. ملاحظات اخلاقی ۷۳

فصل چهارم: مواد و روش‌ها

۴-۱. مقدمه ۷۵
۴-۲. نتایج تصاویر FE-SEM نانولوله‌های آنودایز شده ۷۵
۴-۳. تعیین طول، قطر و ارتفاع نانولوله‌های آنودایز شده ۷۸
۴-۴. تجزیه و تحلیل توپوگرافی سطح به وسیله‌ی AFM ۸۰
۴-۵. نتایج آنالیز پراش اشعه‌ی X نمونه ایمپلنت آنودایز شده قبل و پس از عملیات حرارتی ۸۲
۴-۶. بررسی آزمون EDS جهت شناسایی عناصر موجد در دیسک‌های TI6AL4V ۸۳
۴-۷. بررسی زاویه‌ی تماس نمونه‌ها ۸۴

فصل پنجم: نتیجه‌گیری

۵-۱. بحث و نتیجه‌گیری ۸۶
۵-۲. محدودیت‌های پژوهش ۹۱
۵-۳. پیشنهاد برای کارهای آتی ۹۱
منابع و مأخذ ۹۲

فهرست شکل‌ها و نمودارها

عنوان | صفحه

شکل ۲-۱: شماتیکی از اجزای مختلف ایمپلنت کاشته شده در داخل حفره‌ی دهانی ۱۳

شکل ۲-۲: شماتیکی از سرنوشت ایمپلنت جای‌گذاری شده در داخل استخوان و پوست جای گذاری ایمپلنت در دو حالت اتصال بافت با بیومتریال و رد بیومتریال..... ۱۶

شکل ۲-۳: نمونه‌هایی از ایمپلنت‌های ENDOSSEOUS ۱۸

شکل ۲-۴: طراحی ایمپلنت کاشته شده در سه طرح مختلف ENDOSSEOUS که به طور مستقیم در داخل استخوان کاشته شده‌اند..... ۲۰

شکل ۲-۵: تصویر A مربوط به یکپارچگی استخوان و در تصویر B، BIOINTEGRATION استخوان با ایمپلنت..... ۲۱

شکل ۲-۶: شماتیکی از وقایع ایمپلنت‌ها پس از کاشته شدن در بدن..... ۲۵

شکل ۲-۷: شماتیکی از اجزاء بیولوژیکی طبیعی در مقیاس و اندازه‌های مختلف..... ۲۶

شکل ۲-۸: شماتیکی از آب‌دوستی و آب‌گریزی سطوح نانولوله‌های تیتانیا..... ۳۰

شکل ۲-۹: قطعه‌ای از فلز پیدا شده در طبیعت (چپ) و فلز تیتانیوم بعد از تبدیل به فویل (راست)..... ۴۰

شکل ۲-۱۰: تصویر کریستالی از مینرال آناتاز، روتیل و مینرال بروکیت قرمز یافت شده در طبیعت ۴۱

شکل ۲-۱۱: فرایند ساخت نانولوله دی‌اکسیدتیتانیوم روی قالب PMMA..... ۴۷

شکل ۲-۱۲: تصویر SEM از نانولوله تیتانیم دی‌اکسید ساخته شده روی قالب PMMA..... ۴۸

شکل ۲-۱۳: نمایش (A) قالب مثبت، (B) قالب منفی ۴۸

شکل ۲-۱۴: (A) تصویر SEM از نانولوله تیتانیم دی‌اکسیدتشکیل شده به وسیله‌ی روش سل-ژل، (B) تصویر TEM از نانولوله ساخته شده ۴۹

شکل ۲-۱۵: طرحی از روش الکترواسپینینگ برای ساخت فیبر ۵۰

شکل ۲-۱۶: طرحی از روش آماده‌سازی مستقیم نانولوله‌های سرامیکی به وسیله الکترواسپینینگ ۵۰

شکل ۲-۱۷: نمایشی از سلول آندایز الکتروشیمیایی..... ۵۳

شکل ۲-۱۸: تصاویر SEM آرایه نانولوله دی‌اکسیدتیتانیوم از نماهای مختلف..... ۵۴

شکل ۲-۱۹: طیف XRD از نمونه تیتانیومی آنیل شده در درجه حرارت‌های مختلف..... ۵۶

شکل ۳-۱: نمونه‌های آماده شده بعد از مانت سرد ۶۳

شکل ۳-۲: شماتیک سیستم برق و منبع تغذیه ۶۵

شکل ۳-۳: سامانه برق و منبع تغذیه دستگاه آندایزینگ ۶۵
شکل ۳-۴: ترازوی دیجیتالی استفاده شده در آزمایش ۶۶
شکل ۳-۵: حمام التراسونیک استفاده شده در پروژه ۶۶
شکل ۳-۶: میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی ۶۸
شکل ۳-۷: کوره عملیات حرارتی استفاده شده ۶۹
شکل ۳-۸: سیستم اندازه‌گیری زاویه‌ی تماس ۷۰
شکل ۳-۹: دستگاه AFM بکار گرفته شده در آزمایش زبری سنجی ۷۱
شکل ۴-۱: شماتیکی از نانولوله‌های سنتز شده، الف) ایمپلنت تیتانیمی، ب) پوشش نانولوله‌های تیتانیا بر روی بستر دیسک تیتانیم ۷۵
شکل ۴-۲: نمونه‌ی ۱ ساعت آنودایز شده، تصاویر ب) نمونه‌ی آندایز شده در ۲ ساعت، ج) نمونه‌ی آندایز شده در ۴ ساعت، د) نمونه‌ی آندایز شده در ۸ ساعت، ه) نمونه‌ی آندایز شده در ۱۰ ساعت، تصاویر سمت راست هر نمونه مربوط به ناحیه‌ی کراس جهت مشخص کردن طول نانولوله‌های پوشش داده شده بر روی دیسک تیتانیمی ۷۶
شکل ۴-۳: الف) طول نانولوله‌های سنتز شده در ۸ ساعت آنودایز و ب) طول نانولوله‌های سنتز شده در ۱۰ ساعت آنودایز ۷۷
شکل ۴-۴: تصاویر FE-SEM به‌دست آمده از نانولوله‌های تیتانیا و تعیین اندازه‌ی آن‌ها ۷۸
شکل ۴-۵: الگوی میکروسکوپ اتمی (AFM)، الف) نمونه‌ی آندایز شده در ۱ ساعت، ب) نمونه‌ی آندایز شده در ۲ ساعت، ج) نمونه‌ی آندایز شده در ۴ ساعت، د) نمونه‌ی آندایز شده در ۸ ساعت، ه) نمونه‌ی آندایز شده در ۱۰ ساعت ۸۱
شکل ۴-۶: نمودار XRD از نانولوله‌های دی‌اکسید تیتانیم پس از عملیات حرارتی ۸۳
شکل ۴-۷: نمودار EDS از نانولوله‌های دی‌اکسید تیتانیم پس از عملیات حرارتی ۸۳
شکل ۴-۸: نمونه‌ی دیسک تیتانیم درجه‌ی پزشکی بدون اصلاح سطح، ب) نمونه‌ی آندایز شده در ۱ ساعت، ج) نمونه‌ی آندایز شده در ۲ ساعت، د) نمونه‌ی آندایز شده در ۴ ساعت، ه) نمونه‌ی آندایز شده در ۸ ساعت، و) نمونه‌ی آندایز شده در ۱۰ ساعت ۸۴

فهرست جدول‌ها

عنوان | صفحه

جدول ۲-۱: تقسیم‌بندی ایمپلنت‌های دندانی ۱۹

جدول ۲-۲: خصوصیات منتخب بیومواد‌فلزی ۳۲

جدول ۲-۳: فراوانی عناصر در کره زمین ۴۰

جدول ۳-۱: لیست و مشخصات مواد اولیه مورد استفاده ۶۲

جدول ۳-۲: کدگذاری نمونه‌ها برحسب زمان آنودایز الکتروشیمیایی ۷۱

جدول ۳-۳: متغیرهای پایان‌نامه ۷۲

جدول ۴-۱: نتایج به‌دست آمده از تصاویر FE-SEM ۷۹

جدول ۴-۲: نتایج آزمونAFM ۸۲

جدول ۴-۳: درصد عناصر موجود در دیسک‌های درجه پزشکی ۸۴

جدول ۴-۴: نتایج آزمون زاویه‌ی تماس آب ۸۵