



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
جامعة العربي التبسي - تبسة -
كلية العلوم الدقيقة و علوم الطبيعة و الحياة



قسم: علوم المادة

مذكرة

مقدمة لنيل شهادة ماستر

الميدان: علوم المادة

الشعبة: فيزياء

التخصص: فيزياء المواد

دراسة تأثير إضافة Na_2CO_3 على خصائص الخزفيات الحيوية

المكونة أساسا من الديويسايد

من طرف

ورغي شيماء

بو طرفيف مروة

أمام اللجنة

رئيس

جامعة تبسة

أستاذ محاضر - أ-

زيار توفيق

مقرر

جامعة تبسة

أستاذ محاضر - أ-

سهيلة زواي

ممتحن

جامعة تبسة

أستاذ محاضر - ب-

فوزي حنيني

تاريخ المناقشة: 26 / 06 / 2019

التقدير :

العلامة:



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
جامعة العربي التبسي - تبسة -
كلية العلوم الدقيقة و علوم الطبيعة و الحياة



قسم: علوم المادة

مذكرة

مقدمة لثيل شهادة ماستر

الميدان: علوم المادة

الشعبة: فيزياء

التخصص: فيزياء المواد



دراسة تأثير إضافة Na_2CO_3 على خصائص الخزفيات الحيوية

المكونة أساسا من الديوبسايد

من طرف

ورغي شيماء

بو طرفيف مروة

أمام اللجنة

رئيس

جامعة تبسة

أستاذ محاضر - أ-

زيار توفيق

مقرر

جامعة تبسة

أستاذ محاضر - أ-

سهيلة زواي

ممتحن

جامعة تبسة

أستاذ محاضر - ب-

فوزي حنيني

تاريخ المناقشة: 2019 /06/ 26

التقدير:

العلامة:



Déclaration sur l'honneur de non-Plagiat
(À joindre obligatoirement au mémoire; Remplie et signée)

Nous soussignions

Nom, prénom: *ouarghi Raïma & Bawerfiy Marwa*

N° de carte d'étudiant: (1) *34 02 2 605/2014* (2) *34 02 3604/2014*

Régulièrement inscrits (es) en **Master** au **Département Sciences de la Matière**

Année universitaire: **2018/2019**

Domaine: **Sciences de la matière**

Filière: **Physique**

Spécialité: *physique de Matériaux*

Intitulé du mémoire: *دراسة تأثير امناقة كم برتاكي
السرديوم على رضا لحي الاضرميات السويث المطوية
اساسات الدير ببيد*

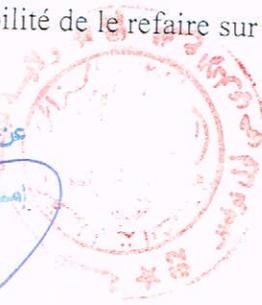
Attestons que notre mémoire est un travail original et que toutes les sources utilisées ont été indiquées dans leur totalité. Nous certifions également que nous n'avons ni recopié ni utilisé des idées ou des formulations tirées d'un ouvrage, article, ou mémoire, en version imprimée ou électronique, sans mentionner précisément leur origine et que les citations intégrales sont signalées entre guillemets.

Sanctions en cas de plagiat prouvé:

Les étudiants seront convoqués devant le conseil de discipline, les sanctions prévues selon la gravité du plagiat sont:

- L'annulation du mémoire avec possibilité de le refaire sur un sujet différent.
- L'exclusion d'une année du master.
- L'exclusions définitive.

2019 جويلية 03
عن / رئيس المجلس
وينفرض منسبة
امضاء السيد بن عرفة نجاة
كاتيب اقليمي



Fait à Tébessa, le:

Signature des étudiants (es):

(1): *[Signature]*

(2): *[Signature]*

الطالبات = درغی سید

یوم قیق مرور

تیسٹ = 2019/07/03

الموضوع = تفحص بضمیمہ المذکرۃ .

تفحص و پیشرفنا عن الطالبات درغی سید و یوم قیق
مرورہ الی لجنة امتاقتہ آتہ ثم تصحیح الاضداد المظاہرۃ

ت ط فتم لمذکرۃ تخرج بعنوان =

دراسۃ تأثیر امتاقتہ کروتات الودیوم علی فصاحتہ
القریبیاتی الصویۃ المکتوبۃ أساساً ساست المدیو بسید

وشکر ا .

حسینہ توری
المکتوبۃ

سیدہ زبانی
المکتوبۃ

توفیق زبانی
رئیس المکتوبۃ

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

إهداء

إلى من ضحى بالغالي والنفيس في سبيلي حتى رسم الزمان على جبينه تجاعيد التعب والعناء... إلى من جرع الكأس فارغا ليسقيني قطرة حب... إلى من حصد الأشواك عن دربي ليمهد لي طريق العلم... إلى من علمني أن بعد العسر يسرا.. إلى القلب الكبير أبي "الكامل" الغالي على قلبي أطل الله في عمره. إلى من تجرّعت كأس الشقاء مرًا لتسقينني رحيق السعادة... إلى من حملتني جنينا في أحشائها وأرضعتني حولين أفتق عظمي وأنبت لحمي.. إلى من بذرت عمرها في أداء رسالة صنعتها من أوراق الصبر وطرزتها في ظلام الدهر... إلى التي وهبت فلذة كبدها كل العطاء والحنان .. إلى أحن كلمة في الوجود وليس لحبها حدود إلى القلب الناصع بالبياض أُمي الغالية "فضيلة" حفصاها الله لنا. إلى صاحبة القلب الكبير والصبر الطويل إلى معلمتي في الأخلاق وأختي في النصيح والإرشاد "إبتسام" إلى توأم روحي ورفيقة دربي إلى صاحبة القلب الطيب والنوايا الصادقة أختي الحبيبة "زينة" إلى قرّة عيني والنبع الذي أرتوى منه حبا إلى النور الذي يضيئ حياتي والسند القوي حماك الله من كل شر "إبراهيم"

إلى الوجه المفعم بالبراءة وبمحبتك أزهرت أيامي وفتحت براعم الغد إلى أخي العزيز "أبو بكر" إلى من أرى التفاؤل بعينها والسعادة في ضحكتها إلى شعلة الذكاء والنور اختي "آية" إلى نور العيون ورمش الجفون إلى مصدر البسمة والفرح شمعة البيت أختي الصغيرة "إمتنان" إلى من سارمعي نحو الحلم خطوة بخطوة بذرنها معا وسنحصدها معا وسنبقى معا بإذن الله بكل الحب إلى رفيق دربي إلى خطيبي "فتحي" بارك الله لي فيه إلى من علمتني كيف أعيش لأحيا وأحيا لأعيش ومن كان دعائها سر نجاحي جدتي "غزالة" أطل الله بعمرها

إلى خالي العزيز "الشريف عبد الحليم" رحمه الله وجعل مثواه الجنة.. إلى عمي الحنون "بلقاسم" إلى خالاتي وخالتي وبناتهم و كل عائلتي من كبيرها الى صغيرها.. إلى من تحلو بالإخاء وتميزو بالوفاء والعطاء صديقاتي وزميلاتي وأدعو الله أن يجمع شملنا دائما.. إلى كل من علمني حرفا.. إلى كل من نسيهم القلم ولم ينساهم القلب.

بوطرفيف مروة

إهداء

إلى من كلله الله بالهيبية والوقار وكانت كلماته نجوم اهتدي بها... إلى من غرس فيني حب العلم والمعرفة
وسعى جاهدا إلى تربيتي وتعليمي... إلى من أخذ بيدي ورسم الأمل في كل خطوة مشيتها... إلى أبي
العزيز حفظك الله و أدامك عزا وفخرا وذخرا.

إلى من جعلت من هذه الحياة حياة... إلى من غمرتني بحبها وحنانها وعطفها طوال حياتي و آثرتني على
نفسها واعتصرت عمرها في كأس لتسقينني شهدا... إلى من كرست حياتها من أجل نجاحي وكلت أناملها
لتقدم لي لحظة سعادة... إلى من بدأت وعاشت ومازالت تحت العطاء ولم تطالب بجزاء... إلى معنى
التفاني **أمي ثم أمي ثم أمي.**

إلى وردة المحبة التي تفيض حبا وعطرا... إلى من برفتها في دروب الحياة سرت... إلى من تطلعت
لنجاحي بنظرات الأمل... إلى أختي الحبيبة **مريم.**

إلى الابتسامات التي تجمل حياتي... و الزهور التي بعثت ألوانها في نفسي فسحة أمل وسط زحمة
المتاعب... إليكم إخوتي **حكيم و أكرم و بلال** شكرا لكم على ما قدمتموه من أحاسيس نابغة من قلوبكم
وأدام الله عزكم وعطاءكم كما لا أنسى بالذكر زوجاتكم تحية مني لهم.

إلى من أمضيت معهم أجمل أيام حياتي فتمضي بنا قوافل الليالي لوداع أيام جميلة لتبقى في صفحات
قلوبنا بقايا ذكريات لا تنسى... إلى **صديقاتي** لكم مني تحية وفاء و إخلاص تحية ملؤها كل معاني الأخوة
والصداقة.

إلى القلوب الطاهرة الرقيقة والنفوس البرينة... إلى ابن أختي **آدم** و ابن أخي **أنس** وإلى الكتكوت **عبد
الرحيم.**

إلى كل من ملأ قلبي ولم يسعه قلبي إلى قارئ الأسطر وكل من أعرفهم.

ورغي شيماء

كلمة شكر

اللهم لك الحمد كما ينبغي لجلال وجهك وعظيم سلطانك فبحمدك نستعين وبالصلاة على نبيك نستلهم التوفيق لما يقتضيه الدين.

إقرارا بالفضل لدويته وردا لبعض المعروف إلى مستحقه فإننا نتوجه بعظيم الشكر والامتنان لكل من تكرم علينا فأولانا نصيبا من رعايته وما أكثرهم ولكن أحق من تزجى إليه قوافل الشكر بعد ذي الطول والإنعام الوالدين الكريمين متعهم الله بالصحة والعافية ورزقنا برهم ورعايتهم.

وأزمة الشكر والثناء تتجه تلقاء من تفضلت مشكورة بالإشراف على هذا العمل حيث طوقتنا بحلمها فنلقاها متهلة مهمة لم تتدخر جهدا في شحذ هممتنا ونصحننا وإرشادنا الأستاذة **سهيلة زواي** - أستاذة محاضر - أ. بقسم علوم المادة كلية العلوم الدقيقة وعلوم الطبيعة والحياة بجامعة العربي التبسي - تبسة. التي نسأل الله أن يجازيها خير ما جازى.

كما نتقدم بالشكر والتقدير إلى الأستاذ **زيار توفيق** - أستاذ محاضر - أ. بقسم علوم المادة كلية العلوم الدقيقة وعلوم الطبيعة والحياة بجامعة العربي التبسي - تبسة. على تقبله ترأس لجنة المناقشة. كما نتقدم بالشكر إلى الأستاذ **فوزي حنيني** - أستاذ محاضر - ب. بقسم علوم المادة كلية العلوم الدقيقة وعلوم الطبيعة والحياة بجامعة العربي التبسي - تبسة. على موافقته للمشاركة كعضو ممتحن في لجنة المناقشة.

ولا يفوتنا في مثل هذا المقام أن نوجه الشكر العميق لكل من أضاء بعلمه عقل غيره أو هدى بالجواب الصحيح حيرة سائليه فأظهر بسماحته تواضع العلماء وبرحابته سماحة العارفين.

وأخيرا نعيد الشكر له سبحانه وتعالى.

Abstract

In This work, we have prepared diopside with the chemical formula $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$, from the local raw material: Doloma extracted from dolomite ($\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$). And laboratory silicon oxide (SiO_2).

In the first stage, two different methods were followed. The second method shows more efficiency, it has given a good sintering percentage over **96.9%** of diopside theoretical density.

The prepared diopside shows a micro hardness is **5.7GPa** for sample with amount of **0.5%** of Sodium Carbonate that were treated at **1250°C**. While, the samples without additions showed only **4.1GPa** even when sintered at **1250°C**.

Excellent values of tensile strength about **71MPa** which corresponding to a flexion strength of **191.7MPa** for the samples with **0.5%** weight of Na_2CO_3 were also obtained.

Finally, the bioactivity of diopside by the possibility of formation Na_2CO_3 of formation of apatite on the surface of diopside immersed in simulated body fluid (SBF) for **15** days was confirmed.

Key words: Diopside, Doloma, Dolomite, Silicium Oxide, Sintering, Sodium Carbonate, Apatite, simulated body fluid.



Résumé

Dans ce travail, nous avons procédé à l'élaboration du diopside ($\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$) à partir de deux composés: doloma extrait du dolomite et dioxyde de silicium synthétique (SiO_2).

Au commencement, pour l'élaboration de la poudre, nous avons opté pour deux méthodes. La deuxième méthode a été plus efficace que la première, nous avons atteint un pourcentage de frittage égal à **96.9%** de la densité théorique du diopside.

L'étude des quelques propriétés mécaniques du diopside élaboré a donné, pour l'étude de la micro-dureté estimé à **5.7GPa** pour des échantillons élaborés et traités à **1250°C** et contenant **0.5%** en masse de Na_2CO_3 alors qu'elle n'ont pas dépassé **4.1GPa** pour les échantillons purs (sans addition) et traités à **1250°C**

L'étude de la résistance à la traction, a montrée des très bons résultats égalant à **71MPa**, correspondant à une résistance à la flexion équivalant pour les échantillons contenant **0.5%** en masse de Na_2CO_3 .

Enfin, nous avons confirmé la possibilité de formation du composé apatite sur la surface des échantillons purs immergés dans le liquide biologique (SBF) pendant **15** jours.

Mots Clés: Diopside, doloma, Dolomite, oxyde de silicium, frittage, carbonate de sodium, Apatite, liquide, biologique.



ملخص

إن أهم ما يمكن أن نلخص به هذا البحث هو تمكنا من تحضير الديوبسيد ذي الصيغة الكيميائية $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$ انطلاقاً من الدولوما المستخلص من الدولوميت ($\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$) وأكسيد السيليسيوم (SiO_2).

انتهجنا في بادئ الأمر طريقتين مختلفتين في تحضير المساحيق (من دون إضافة و بإضافة 0.5% من كربونات الصوديوم). وقد أثبتت الطريقة الثانية فعاليتها، حيث تمكنا من الوصول لنسبة تلبيد قدرت بحوالي 96.9% من الكثافة النظرية للديوبسيد.

أما بالنسبة للخصائص الميكانيكية لمركب الديوبسيد المحضر، فقد حصلنا على قيم للصلادة المجهرية تقدر بـ 5.7GPa بالنسبة للعينات ذات نسبة 0.5% من كربونات الصوديوم والمحضرة عند 1250°C في حين لم تتجاوز 4.1GPa بالنسبة للعينات من دون إضافة والمعالجة عند 1250°C . كما حصلنا على قيم جيدة لمقاومة الشد والمقدرة بحوالي 71MPa وهذا ما يوافق مقاومة ثني تقارب 191.7MPa بالنسبة للعينات ذات نسبة 0.5% من Na_2CO_3 .

أخيراً تمكنا من إثبات إمكانية تشكل الأباتيت على سطح عينات الديوبسيد المحضر عند غمسه في سائل الجسم المقلد (SBF) لمدة 15 يوم.

كلمات مفتاحية: الديوبسيد ، الدولوما ، الدولوميت ، أكسيد السيليسيوم ، التلبيد ، كربونات الصوديوم ، الأباتيت، سائل الجسم المقلد.

الفهرس

I قائمة الجداول
II قائمة الأشكال
V قائمة الرموز
1 مدخل عام

الفصل الأول : دراسة مرجعية حول الخزفيات الحيوية و الديوبسايد

2 I.1. عموميات حول الخزفيات الحيوية
2 I.1.1. تعريف الخزفيات الحيوية
2 I.2.1. خصائص الخزفيات الحيوية
2 1. التوافق الحيوي
2 2. التصنيع
3 3. خصائص ميكانيكية
3 4. مقاومة التآكل
4 I.3.1. أصناف الخزفيات الحيوية
4 1. المواد الخاملة حيويا
4 2. المواد النشطة حيويا
4 3. المواد الممتصة
5 I.4.1. تطبيقات الخزفيات الحيوية طبييا
5 1. الخزفيات الحيوية بديلة للعظم
7 2. استخدام الخزفيات الحيوية في طب الأسنان
8 I.5.1. آلية التصاق المواد النشطة حيويا
9 I.6.1. صناعة الخزفيات الحيوية
10 1. مفهوم التلييد

10 2. أنواع التلييد
10 3. مراحل التلييد
11 I.7.1. القوى المحركة لعملية التلييد
12 1. الطاقة السطحية
12 2. القوة المحركة الناتجة عن السطوح المنحنية
13 3. القوة المحركة الناتجة عن عيوب البنية البلورية
14 I.2. عموميات حول الديوبسايد
14 I.1.2. تعريف الديوبسايد
14 I.2.2. خصائص الديوبسايد
16 I.3.2. طرق تحضير الديوبسايد و خصائصه الحيوية
16 1. طريقة التلييد من المواد الأولية الصلبة
18 2. طريقة هلام- محلول رغوي
20 3. طريقة الترسيب

الفصل الثاني: الطرق التجريبية والأجهزة المستعملة

22 II.1. الدراسة التجريبية المتبعة
22 II.1.1. تحضير الديوبسايد
22 1. الدولوميت
25 2. أكسيد السيليسيوم (SiO_2)
25 II.2.1. الإضافة كربونات الصوديوم (Na_2CO_3)
27 II.3.1. دراسة النشاط الحيوي خارج الجسم
27 1. تحضير سائل الجسم المقلد
28 2. تحضير العينات للغمس في سائل الجسم المقلد
29 II.2. طرق التحليل والقياس
29 II.1.2. التحليل باستعمال الأشعة X

29 II.2.2. المجهر الالكتروني الماسح (SEM)
30 II.3.2. قياس الكتلة الحجمية
30 II.4.2. قياس الصلادة المجهرية
31 II.5.2. قياس مقاومة الشد
31 II.3. أهم الأجهزة المستعملة
31 II.3.1. جهاز حيود الأشعة السينية
32 II.3.2. المجهر الإلكتروني الماسح
32 II.3.3. الأفران الكهربائية
32 II.4.3. جهاز السحق
32 II.5.3. جهاز قياس الأيونات باللهب
32 II.6.3. جهاز البالمر
32 II.7.3. جهاز الحاضنة الكهربائية
32 II.8.3. جهاز قياس الصلادة المجهرية
33 II.9.3. جهاز قياس مقاومة الشد
33 II.10.3. الميزان
33 II.11.3. جهاز التحليل الحراري التفاضلي DTA

الفصل الثالث: النتائج التجريبية ومناقشتها

34 III.1. دراسة تأثير الإضافة في تبلور مركب الديوبسايد
 III.2. دراسة تأثير إضافة 0.5% من كربونات الصوديوم على الخصائص الفيزيائية والكيميائية عند درجة الحرارة 1250°C
36 III.2.2. تأثير إضافة 0.5% من Na_2CO_3 على نسبة التليد
36 III.3.2. تأثير إضافة 0.5% من Na_2CO_3 على الخصائص الميكانيكية
37 1. تأثير الإضافة على الصلادة المجهرية
37 2. تأثير الإضافة على مقاومة الشد

38III.4.2. تأثير الإضافة على نسبة فقدان الكتلة
381. في محلول حمض اللبن
382. في المحلول الملحي الفسيولوجي
39III.3. تأثير الإضافة على الخصائص الحيوية لمادة الديوبسايد
44III.4. تحليل العينات المحضرة باستعمال الأجهزة
44III.4.1. التحليل باستعمال المجهر الإلكتروني الماسح
45III.4.2. التحليل باستعمال الأشعة السينية

قائمة الجداول

الصفحة	العنوان	رقم الجدول
3	الخصائص الميكانيكية للعظم وبعض المواد الحيوية	الجدول 1-I
5	بعض الخصائص الفيزيائية للسن	الجدول 2-I
6	التركيب الكيميائي لمينا وعاج السن وكذلك لعظم إنسان بالغ	الجدول 3-I
17	بعض خصائص مركب الديوبسايد المحضر عند درجة الحرارة 1300°C	الجدول 4-I
22	التركيب الكيميائي للدولوميت	الجدول 1-II
28	المركبات اللازمة لإعداد سائل الجسم المقلد بالترتيب	الجدول 2-II
28	التركيز الأيوني النهائي لسائل الجسم المقلد وبلازما إنسان	الجدول 3-II
36	يبين بعض خصائص مركب الديوبسيد المسجلة قبل وبعد إضافة 0.5% من كربونات الصوديوم عند درجة الحرارة 1250°C	الجدول 1-III
39	تغير تركيز ايونات الكالسيوم و المغنزيوم و الفوسفور في SBF بدلالة زمن الغمس لمسحوق عينات الديوبسيد بإضافة ومن دون اضافة كربونات الصوديوم عند درجة الحرارة 1250°C	الجدول 2-III

قائمة الأشكال

الصفحة	العنوان	رقم الشكل
4	تصنيف المواد الحيوية وفقا لنشاطها الحيوي	الشكل 1-I
6	التركيب البلوري لمادة HA ونتائج انعراج الأشعة السينية والأطياف تحت الحمراء لكل من المينا والعاج والعظم	الشكل 2-I
11	زراعة الأسنان	الشكل 3-I
11	المسحوق الابتدائي	الشكل 4-I
11	تشكل العنق	الشكل 5-I
11	التطوران المورفولوجيان الممكنان للمادة خلال تقلص مساحات السطح	الشكل 6-I
11	نمو الحبيبات وتشكل المسامات المغلقة	الشكل 7-I
15	البنية الذرية للديوبسايد	الشكل 8-I
15	الرسم البياني لاتزان الأطوار مع توضيح منطقة الديوبسايد	الشكل 9-I
16	يوضح نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية للديوبسايد الملبد عند الدرجة 1300°C لمدة 2 سا	الشكل 10-I
17	يمثل منحنى تزايد خلايا الالتصاق الأولي لكل من الديوبسايد وHAp	الشكل 11-I
17	نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية لديوبسايد السطح البيئي	الشكل 12-I
18	يوضح نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية للديوبسايد المحضر بإتباع طريقة هلام-محلول رغوي	الشكل 13-I
19	يبين نتائج التحليل بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح لعينات الديوبسايد	الشكل 14-I
20	نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية لسطح الديوبسايد بعد الغمس في SBF	الشكل 15-I
21	يوضح نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية للديوبسايد المحضر بطريقة الترسيب	الشكل 16-I
21	نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية لسطح الديوبسايد قبل وبعد الغمس في	الشكل 17-I

	سائل الجسم المقلد	
21	نتائج التحليل لتركيز ايونات سائل الجسم المقلد قبل وبعد الغمس لفترات زمنية مختلفة	الشكل 18-I
23	انعراج الأشعة السينية لمسحوق الدولوميت	الشكل 1-II
23	منحنى DTA لعينات الدولوميت المحلية	الشكل 2-II
24	طيف الأشعة انعراج الأشعة السينية لمسحوق الدولوما	الشكل 3-II
24	طيف الأشعة انعراج الأشعة السينية لمسحوق الدولوما عالي الهدرته	الشكل 4-II
25	يمثل البنية لأكسيد السيليسيوم	الشكل 5-II
25	يمثل طيف انعراج الأشعة السينية لأكسيد السيليسيوم النقي	الشكل 6-II
25	بنية كربونات الصوديوم	الشكل 7-II
30	رسم تخطيطي لمبدأ عمل SEM	الشكل 8-II
33	ميزان kern ARS220-4	الشكل 9-II
33	جهاز ATG -ATD	الشكل 10-II
34	يمثل أطياف الانعراج من دون إضافة وبإضافة 0.5% من كربونات الصوديوم عند درجة الحرارة 740°C.	الشكل 1-III
35	يمثل طيف الانعراج لعينات الديوبسيد من دون إضافة عند درجة الحرارة 1250°C.	الشكل 2-III
35	يمثل طيف الانعراج لعينات الديوبسيد بإضافة نسبة 0.5% من كربونات الصوديوم عند درجة الحرارة 1250°C.	الشكل 3-III
42	تغير تركيز أيونات الكالسيوم والمغنزيوم والفسفور بدلالة زمن الغمس في SBF لمسحوق عينات ديوبسيد من دون إضافة و بإضافة 0.5% من كربونات الصوديوم والمعالجة عند درجة 1250°C.	الشكل 4-III
43	مقارنة تغير تركيز أيونات الكالسيوم والمغنزيوم والفسفور بدلالة زمن الغمس في سائل الجسم المقلد لمسحوق عينات ديوبسيد من دون إضافة وبإضافة 0.5% من كربونات الصوديوم والمعالجة عند درجة 1250 °C.	الشكل 5-III
44	يمثل الشكل المورفولوجي لعينات الديوبسيد من دون اضافة قبل وبعد الغمس في سائل الجسم المقلد لمدة 15 يوم.	الشكل 6-III

44	يمثل الشكل المورفولوجي لعينات الديوبسيد ذات نسبة اضافة قبل وبعد الغمس في سائل الجسم المقلد لمدة 15 يوم.	الشكل 7-III
45	يمثل أطياف الانعراج لمادة الديوبسيد بعد الإضافة قبل وبعد الغمس في سائل الجسم المقلد لمدة 15 يوم.	الشكل 8-III
3	متطلبات زراعة المواد البديلة في طب العظام	المخطط 1-I
8	المراحل الكيميائية لالتصاق المواد النشطة حيويًا	المخطط 2-I
9	مراحل الاستجابة البيولوجية لالتصاق المواد النشطة حيويًا	المخطط 3-I
10	مختلف أنواع التليبد	المخطط 4-I
11	مراحل عملية التليبد	المخطط 5-I
24	مراحل تحضير الدولوما	المخطط 1-II
26	مراحل تحضير الديوبسيد	المخطط 2-II
27	مراحل تحضير سائل الجسم المقلد	المخطط 3-II
28	يبيّن مراحل تحضير العينات للغمس في SBF	المخطط 4-II

قائمة الرموز

اسم الرمز	الرمز
الطاقة السطحية الكلية	ω
التغير في الطاقة السطحية	$d\omega$
السطح الكلي	A
الطاقة السطحية النوعية (التوتر السطحي)	γ
التغير في السطح	dA
ضغط البخار إذا كان السطح الفاصل صلب غاز مستويا	P_1
ضغط البخار بالنسبة للسطوح المنحنية	P_2
نصف قطر الانحناء	R_2 و R_1
الحجم المولي	Ω_m
ثابت الغازات المثالية	R
درجة الحرارة بالكلفن	T
التغير في الضغط	ΔP
تركيز الفجوات	C_0
طاقة التكوين لفجوة واحدة	E_r
ثابت بولتزمان	K
عدد الأماكن في الشبكة البلورية	N
عدد الفجوات	N
التغير في عدد الفجوات	Δc
ثابت العزل	ϵ_r

المسافة الشبكية	d_{hkl}
طول الموجة الساقطة	λ
زاوية براغ	2θ
الكتلة الحجمية التجريبية	P_{ext}
الكتلة الحجمية النظرية	ρ_{th}
مقاومة الشد	σ_0
قطر العينة	D
سمك العينة	H
مقاومة الثني	σ_n
صلادة فيكرز	H_v
الوزن المطبق بالكيلو غرام الثقلي	P
قطر فيكارس بالميكرومتر	D

مدخل عام

مدخل عام

إن الخزف في بعده الزمني يمتد عميقا في التاريخ مع أولى المكونات الحضارية للإنسان، فهو فعل حضاري ظل ولفترات طويلة ملازما له وملبيا لحاجياته اليومية لذا ارتبط اسمه بالنعمية والاستخدام. ولكن في القرن العشرين ومع تطور العلوم خرج الخزف من الدائرة الوظيفية الإستخدامية وتحرر من قيود الخزف التقليدي ودخل بشكل واسع في دائرة اهتمام مراكز بحث ومخابر مختصة مختلفة ومتعددة، وذلك بعد تبين ما للخزفيات من خصائص فيزيائية وكيميائية لا يمكن للمعادن والمواد العضوية أن تمتلكها. وتعد الخزفيات الحيوية واحدة من أهمها والتي تندرج تحت ما يسمى بالمواد الفعالة حيويا والتي تستخدم كبداية في جسم الإنسان لإمكانية اندماجها مع النسيج الحي، ومن بين هذه المواد الديوبسايد (Diopside) موضوع هذه الدراسة.

ينتمي هذا الأخير ذي الصيغة الكيميائية $CaMgSi_2O_6$ لمجموعة مواد سيليكات الكالسيوم ذات الخصائص الحيوية الجيدة والتي أهلتها ليكون رائدا في المجال الطبي، كقدرته العالية على تشكيل طبقة الاباتيت خارج الجسم. كما يملك الديوبسايد خصائص فيزيائية جيدة متمثلة أساسا في الصلادة ومقاومة الشد. وعليه كان الهدف الأساسي من هذا البحث هو تحضير مركب الديوبسايد انطلاقا من مواد أولية محلية باستخدام طريقة التليد من المواد الأولية الصلبة ثم دراسة تأثير إضافة نسبة 0.5% من كربونات الصوديوم (Na_2CO_3) على الخصائص الفيزيائية والكيميائية الحيوية له.

وعلى هذا الأساس تم تقسيم هذا البحث الى ثلاثة فصول:

- الفصل الأول: عبارة عن عموميات حول الخزفيات الحيوية ودراسة مرجعية عن الديوبسايد.
- الفصل الثاني: تم تخصيصه لدراسة المواد الأولية والطرق التجريبية المستعملة في تحضير الديوبسايد هذا بالإضافة الى طرق التحليل والقياس وأهم الأجهزة المستعملة.
- الفصل الثالث: شمل النتائج التجريبية المحصل عليها ومناقشتها.

الفصل الأول

دراسة مرجعية حول الخزفيات الحيوية و الديوبسايد

في بداية هذا الفصل تطرقنا لمفاهيم عامة حول الخزفيات الحيوية، وذلك بالتعريف بأهم خصائصها وتصنيفها وتحضيرها بطريقة التليد. من ثم تطرقنا لدراسة مرجعية حول الديوبسايد و خصائصه. وفي الأخير عرفنا بطرق تحضيره و درسنا أهم خصائصه الحيوية.

3. الخصائص الميكانيكية

تتوفر الخزفيات الحيوية بأنواعها على خصائص ميكانيكية متباينة (الجدول I-1) تجعلها متلائمة مع شكل العضو وتلبي المتطلبات التطبيقية المختلفة، ففي بعض الأنسجة لا بد من أن تكون المادة قابلة للتفسخ لكي تستبدل بشكل تدريجي وفي حالات أخرى نحتاج الى مادة مستقرة وذات مقاومة جيدة.

الجدول I-1 الخصائص الميكانيكية للعظم وبعض الخزفيات الحيوية

المراجع	صلادة فيكرز (GPa)	مقاومة الثني (MPa)	الكتلة النسبية %	
[4]	3.7± 0.1	154±13	83.1	ديوبسيد (1225°C)
[5]	-	35	-	HA (1225°C)
[6]	-	70	-	HA (1310°C)
[7]	6.0± 2.5	-	-	HA+ 2% ZnO ₂ (1225°C)
[7]	5.4± 1.0	70	-	HA+D Composite (1310°C)

4. مقاومة التآكل

يجب أن تكون للخزفيات الحيوية مقاومة تآكل جيدة لان تأكلها يؤدي الى زيادة احتمال إصابة النسيج المجاور بالعناصر الناتجة أي حدوث تسمم.



المخطط I-1 متطلبات زراعة المواد البديلة في طب العظام [8]

I.3.1. أصناف الخزفيات الحيوية

تصنف الخزفيات الحيوية حسب آلية قبولها داخل النظام البيولوجي للكائن الحي إلى ثلاثة أصناف [9]:

1. المواد الخاملة حيويًا (Bioinertes)

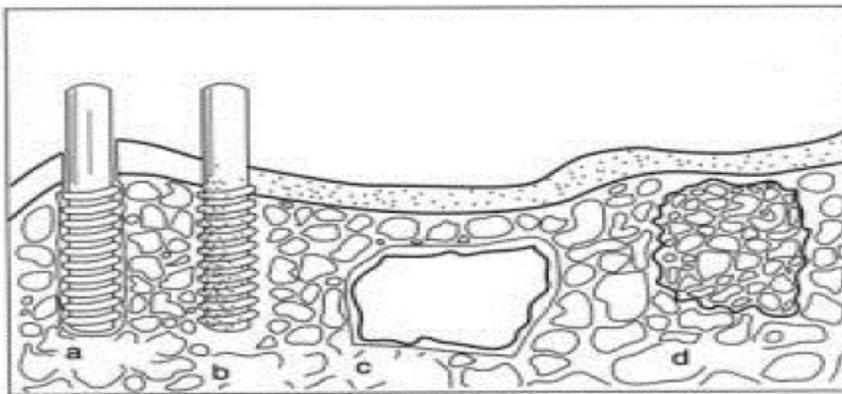
تشمل المواد التي لا تثير أي تفاعل داخل الوسط الفيزيولوجي وبدورها لا تتأثر بهذا الوسط (الشكل I-1(a)) [10]. وتتميز بامتلاكها لخصائص ميكانيكية جيدة، وأهم هذه المواد (Al_2O_3) و (SiO_2)

2. المواد النشطة حيويًا (Bioactifs)

وهي تشمل المواد التي يتم قبولها داخل النظام البيولوجي للكائن الحي عند التفاعل معه (الشكل I-1(b),(c)) وأهمها الهيدروكسيد أباتيت ذو الصيغة الكيميائية العامة $Ca_{10}(PO_4)_6(O,OH,F)_2$ و $CaSiO_3$ والولسطنيت [11] و $CaMgSi_2O_6$ والديوبسيد [12] Ca_2SiO_4 و $CaSiO_3$

3. المواد الممتصة (Résorbables)

هي مواد تختفي بشكل تدريجي مع الوقت وتستبدل بالنسيج الجديد أي تختفي بالكامل بعد الزرع (الشكل I-1(d)) ومثال على ذلك الخياطات القابلة للتفكك المصنوعة من متعدد حفظ اللبن أو متعدد حمض غروي كما أن جسم الإنسان يمكن أن يستوعب منتجات الحل الناتجة عن هذه المواد بسهولة [13] وأهم هذه المواد $CaCO_3$ (Calcite) و $Ca_3(PO_4)_2$ (TCP) و DCP و $CaSO_4$.



الشكل I-1 تصنيف المواد الحيوية وفقا لنشاطها الحيوي [14]

(a) مواد خاملة حيويًا

(b) و (c) مواد نشطة حيويًا

(d) مواد ممتصة حيويًا

I.4.1. تطبيقات الخزفيات الحيوية طبيا

قبل سنة 1925م كانت الغرائس الطبية تصنع غالبا من معادن نقية نسبيا، ثم شهدت سنة 1925م بداية استخدام السبائك الطبية مثل سبيكة Ti-64Al-4V. في سنة 1969م اكتشف هينش (Larry Hench) وزملاؤه أن أنواعا مختلفة من الزجاجيات والخزفيات يمكن استخدامها في العظم الحي [15]. وقد استلهم هينش هذه الفكرة أثناء توجهه الى مؤتمر عن علم المواد اذ التقى في طريقه الى المؤتمر عقيدا عائدا لتوه من حرب الفيتنام وأنبأه العقيد بأن أجساد الجنود المصابين كثيرا ما تنبذ الغرائس المزروعة فيها فاهتم هينش بهذه المسألة وبدأ بالبحث عن مواد متوافقة مع الجسم الحي مما نتج عنه ابتكار مادة جديدة سميت بالزجاج الحيوي (Bioglass)، وقد نشأ إثر هذا الاكتشاف مبحث علمي كامل سمي بمبحث الخزفيات الطبية، وفي 26 افريل 1988م عقدت في كيوتو باليابان أول ندوة دولية حول الخزفيات الطبية.

1. الخزفيات الحيوية بديلة للعظم

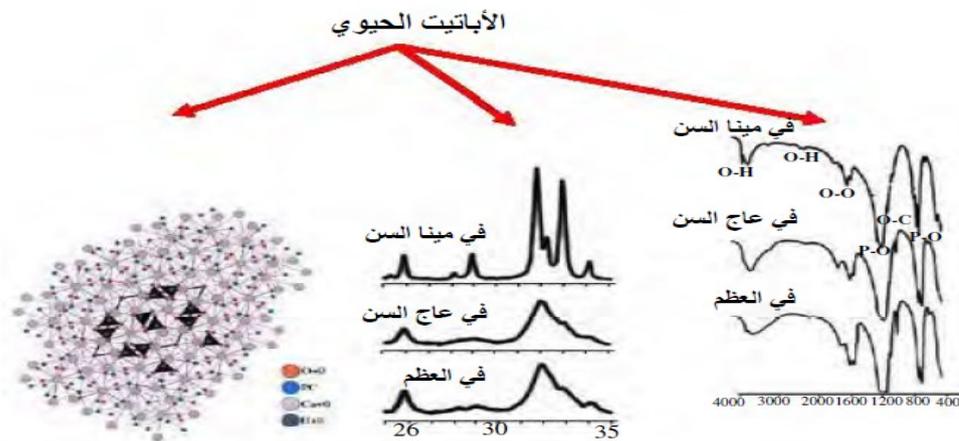
تستعمل الخزفيات كمواد بديلة للعظام وذلك لما تمتلكه من خصائص ميكانيكية عالية وفعالة لأنها تتركب عموما من الأيونات نفسها المركبة لجسم الإنسان مثل Ca^{+2} و K^{+} و Mg^{+2} و Na^{+} [16]. و تتمثل متطلبات اختيار البديل في معرفة الخصائص الفيزيوكيميائية (الجدول I-2) و(الجدول I-1) والميكانيكية (الجدول I-3) والبنوية (الشكل I-2) للنسيج العظمي حيث تخضع المادة المزروعة لمجموعة متغيرات معقدة أهمها عامل الزمن. واستخدامها على شكل مركبات مطورة صناعيا ما يستدعي استحداث مواد بديلة للتحكم في عمليات الزراعة.

الجدول I-2 بعض الخصائص الفيزيائية للسن [17]

النسيج	مينا السن (Enamel)	عاج السن (Dentine)
الكتلة الحجمية (g/cm^3)	2.2	1.9
معامل المطاطية (GPa)	4.8	13.8
مقاومة الانضغاط (MPa)	370 -75	350 -250
مقاومة الشد (MPa)	10	53 -21
معامل يونغ (GPa)	131	12
معامل الانكسار (J/m^2)	200 -13	500 -200
صلادة فيكرز (GPa)	4.0	-

الجدول I-3 التركيب الكيميائي لمينا وعاج السن وكذلك لعظم إنسان بالغ [18]

العظم	عاج السن	مينا السن	
34.8	35.1	36.5	الكالسيوم (Ca^{2+})
15.2	16.9	17.7	الفسفور (P)
1.71	1.61	1.63	نسبة (Ca/P)
0.9	0.6	0.5	الصوديوم (Na^+)
0.72	1.23	0.44	المغنزيوم (Mg^{2+})
0.03	0.05	0.08	البوتاسيوم (K^+)
7.4	5.6	3.5	الكربونات (CO_3^{2-})
0.03	0.06	0.01	الفلوريد (F^-)
0.13	0.01	0.3	الكلوريد (Cl^-)
0.07	0.1	0.022	بايروفوسفات ($P_2O_7^{4-}$)
65.0	70.0	97.0	المجموع المعدني
25.0	20.0	1.5	المجموع العضوي
10.0	1.5	1.5	H_2O
-	-	-	اثر عناصر : Sr^{2+} و Pb^{2+} و Zn^{2+} و Cu^{2+} و Fe^{3+}



الشكل I-2 التركيب البلوري لمادة HA ونتائج انعراج الأشعة السينية والأطياف

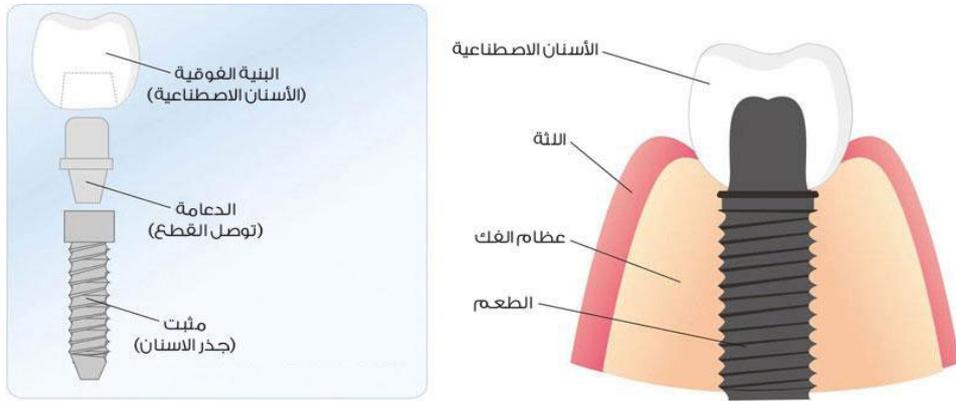
تحت الحمراء لكل من المينا والعاج والعظم [19]

2. استخدام الخزفيات الحيوية في طب الأسنان

إن نجاح جراحة الأسنان وترميمها يستوجب متطلبات للمواد المستخدمة كحشو أو غرائس للأسنان حيث تعتبر متطلبات المواد المصنعة معقدة جدا.

• عملية زراعة الأسنان

تعتمد على دبابيس مثبتة في الفك لحمل الأسنان المزروعة وتصنع عادة من المواد النشطة حيويًا لقدرتها على الالتصاق البيولوجي بالنسيج المضيف (الشكل I-3).



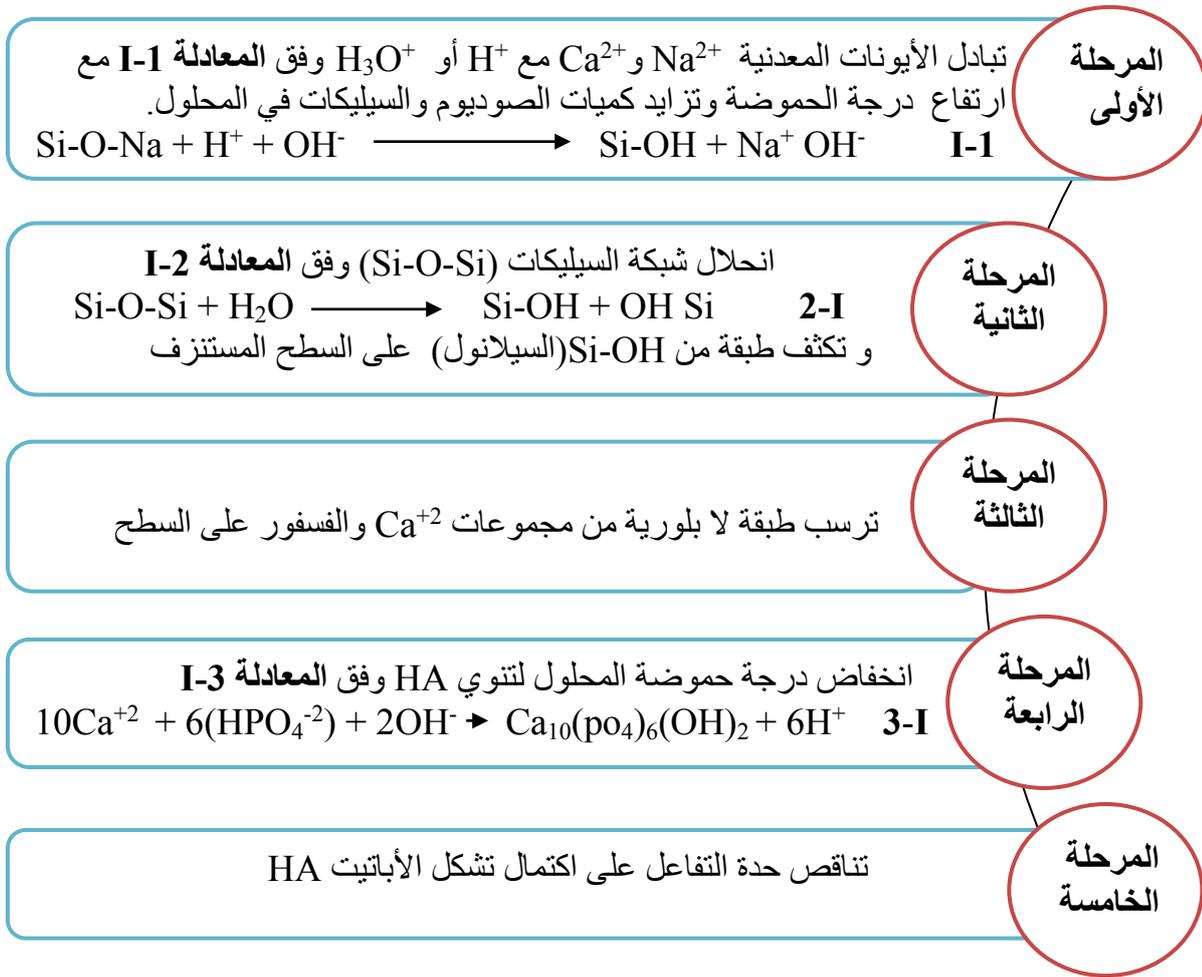
الشكل I-3 زراعة الأسنان [20]

• عملية الترميم

تتمثل في حشو الأسنان لعلاج التسوس و اصلاح الكسور، فلازالة التسوس يقوم الطبيب بحفر السن وتعقيمه ثم حشو الفراغ الناتج بمواد خزفية حيوية صلبة مقاومة للإحتكاك، وأهمها وأكثرها شيوعا منذ أكثر من 150 سنة هي مادة الأملغم (amalgam). وهي سبيكة مكونة بصورة أساسية من مادتي الفضة والزنبق وتسمى خطأ بحشوة البلاتين. لكن احتوائها على مادة الزنبق جعل استخدامها خاصة بالنسبة للأطفال غير مستحب [21].

I.5.1. آلية التصاق المواد النشطة حيويًا

يتطلب التصاق المواد النشطة حيويًا مع العظم تشكل طبقة من هيدروكسيد كربونات الأباتيت (CHA) ذو الصيغة الكيميائية $[Ca_{10}(PO_4)_3(CO_3)_3(OH)_2]$ على سطح هذه المادة حيث يتميز إحدى عشر مرحلة أساسية ليتم هذا الالتصاق. المراحل من الأولى إلى الخامسة هي مراحل كيميائية (المخطط I-2) أما المراحل من السادسة إلى الأخيرة فتمثل الاستجابة البيولوجية (المخطط I-3).



المخطط I-2 المراحل الكيميائية لالتصاق المواد النشطة حيويًا



المخطط 3-I مراحل الاستجابة البيولوجية لالتصاق المواد النشطة حيويًا

I.6.1. صناعة الخزفيات الحيوية

تعتمد صناعة الخزفيات الحيوية على نفس الطرق المتبعة لمعالجة الخزفيات الصناعية، وتتطلب صناعة الخزفيات الحيوية مواد عالية النقاوة ومراقبة جيدة لنمو الطور والمسامية (الخزفيات المسامية) بغية تحسين خاصية الإلتصاق وهذا ما يستدعي تقنيات معالجة غير عادية ودائما ما تستخدم تقنية التليبيد.

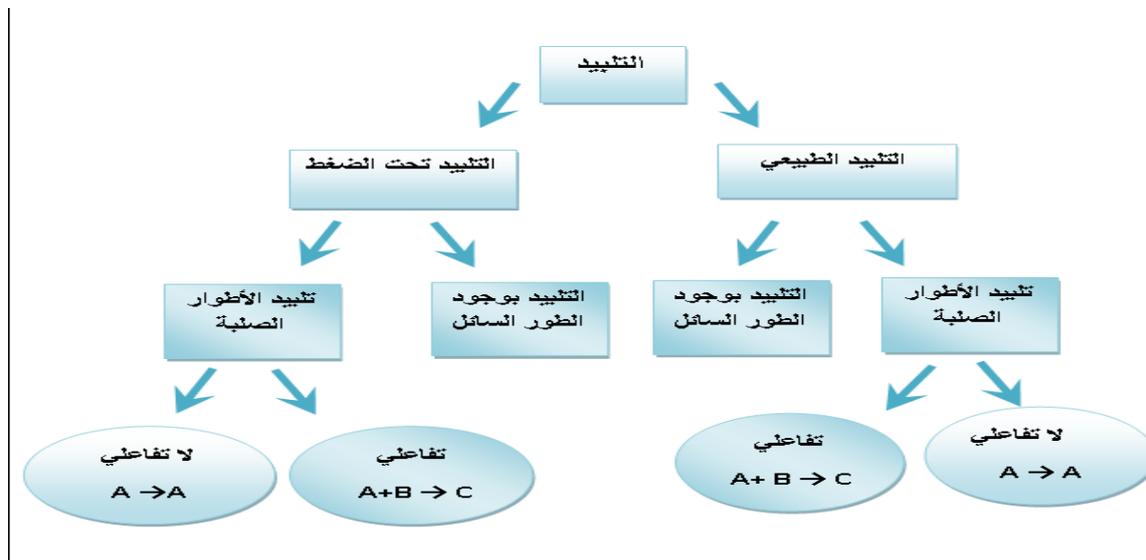
1. مفهوم التلييد

إن التلييد هو آخر مرحلة من مراحل تحضير قطعة خزفية، كما انه ظاهرة معقدة يصعب إيجاد تعريف دقيق لها، ولكن يمكن القول بأن التلييد عبارة عن عملية معالجة حرارية تعمل أساسا على إزالة الفراغات بين حبيبات المادة الأولية وتطوير نظام الحبيبات الفردية إلى حالة تكثيف مثالية. وتكون هذه العملية مصحوبة بالظواهر التالية [22]:

- ✓ نقص في الأبعاد الأولية للعينة وزيادة في كتلتها الحجمية.
- ✓ نقص الطاقة السطحية الإجمالية للمادة.
- ✓ زيادة في عدد الروابط بين الحبيبات و شدة التماسك بينها.
- ✓ تحسن الخصائص الميكانيكية والحرارية.

2. أنواع التلييد:

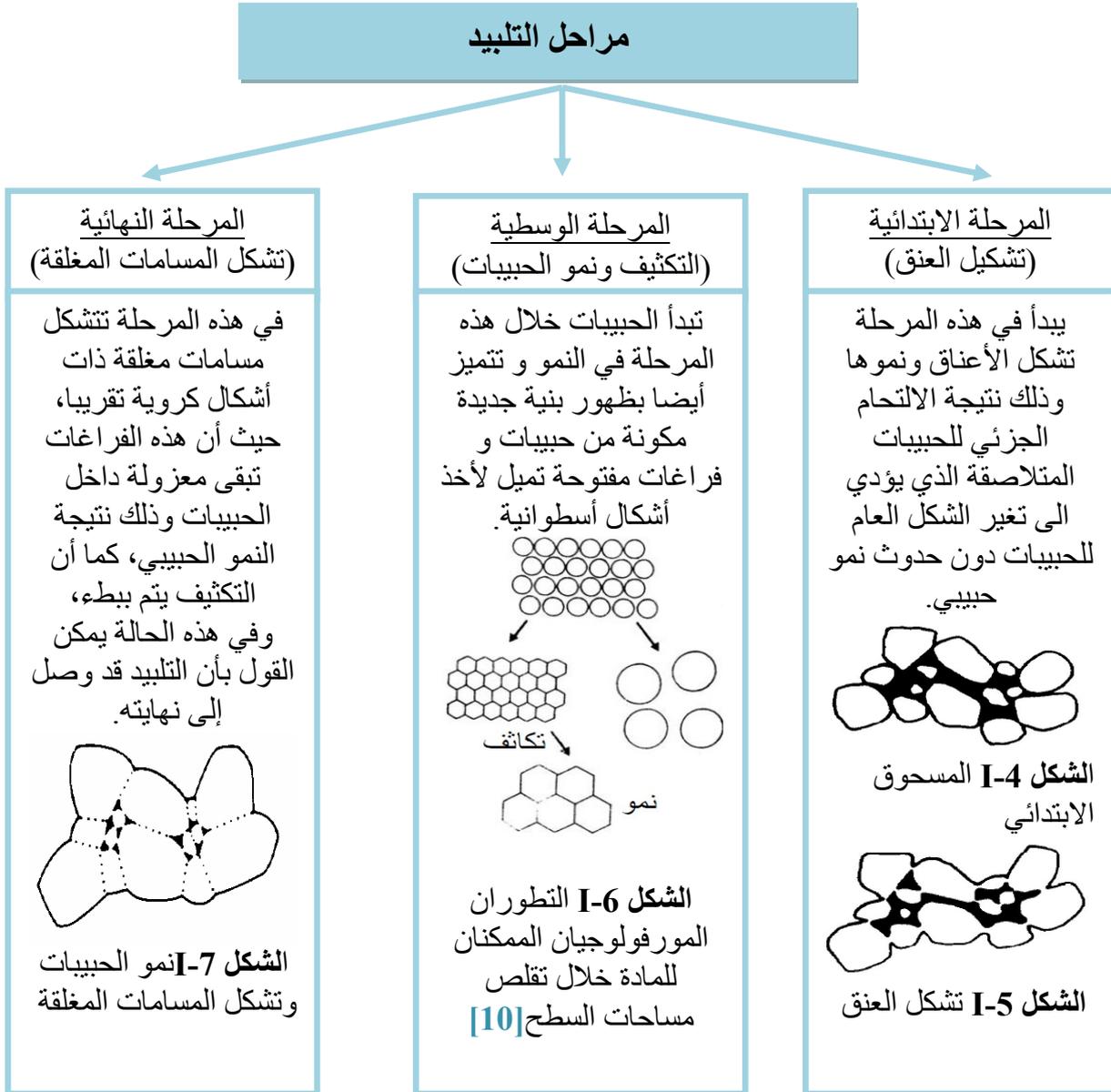
يبين المخطط I-4 أنواع التلييد باختصار:



المخطط I-4 مختلف أنواع التلييد [23]

3. مراحل التلييد

تمر عملية التلييد بثلاث مراحل أساسية وفقا للمتغيرات الهندسية أثناء التطور المجهري للحبيبات وصولا إلى الحالة المتكاثفة (المخطط I-5) [24].



المخطط I-5 مراحل عملية التلييد

I.7.1. القوى المحركة لعملية التليبد

إن التكتيف ينشأ كنتيجة لقوى محرركة تؤدي إلى حالة اتزان ترمو ديناميكية أكثر استقراراً، ونقدم في ما يلي أهم هذه القوى [25].

1. الطاقة السطحية

تعرف عادة بالتوتر السطحي γ وذلك لتعلقها في بادئ الأمر بالطاقة السطحية النوعية وتعطى وفق العبارة التالية:

$$\gamma = \frac{d\omega}{dA} \quad \text{I-3}$$

A: السطح الكلي

d ω : الطاقة السطحية

dA: التغير في السطح

من العبارة I-3 نعرف الطاقة السطحية بالعبارة I-4

$$d\omega = \gamma dA \quad \text{I-4}$$

تتناسب الطاقة السطحية مع شكل المادة، حيث تأخذ قيمة جد معتبرة للمادة على شكل مسحوق بينما تكون مهملة للمادة على شكل بلورة وحيدة، هذا التدرج في الطاقة السطحية يساهم كقوة محرركة في عملية التليبد وبالتالي تكتيف المادة [26].

2. القوة المحركة الناتجة عن السطوح المنحنية

إن أي جسم ذو فراغات يحتوى على طور صلب و طور غازي يفصل بينهما سطح يختلف البخار بين طرفيه حسب درجة واتجاه وانحناء هذا السطح، وفي حالة السطوح المنحنية يتغير ضغط البخار بدلالة نصف قطر انحناء السطح ويأخذ القيمة p_1 التي تعطي بعلاقة طومسون I-5

$$\ln\left(\frac{p_1}{p_2}\right) = \Omega m \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}\right) / RT \quad \text{I-5}$$

علما أن $P_1 = P_0 + \Delta P$

R_1 و R_2 نصفا قطري الانحناء

$$\frac{\Delta P}{P_0} = \Omega m \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) / RT \quad \text{I-6}$$

من خلال التعريف السابق نلاحظ أن الضغط عند المناطق المحدبة اكبر منه عند المقعرة مما يسمح تحت شروط معينة بانتقال المادة من المناطق المحدبة إلى المقعرة.

3. القوة المحركة الناتجة عن عيوب البنية البلورية

بالإضافة للطاقة السطحية وتدرج الضغط يعتبر تأثير الفجوات داخل الشبكات البلورية عاملاً جدياً مهم في دراسة التليد إذ تحتوي المادة عند التوازن على تركيز معين من الفجوات C_0 والتي تعطى بالعلاقة التالية :

$$c_0 = \frac{n}{N} \approx \exp \left(- \frac{E_f}{KT} \right) \quad \text{I-7}$$

حيث :

E_f طاقة التكوين لفجوة واحدة

T درجة الحرارة بالكلفن

N عدد الأماكن في الشبكة البلورية

n عدد الفجوات

يختلف تركيز الفجوات عن حالة التوازن تبعاً لتغير شكل السطح بمقدار ΔC حسب العلاقة **I-8**.

$$\frac{\Delta C}{C_0} = -\Omega m \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) / 2RT \quad \text{I-8}$$

Ωm الحجم المولي

γ التوتر السطحي

R_1 و R_2 نصف قطر الانحناء.

I.2. عموميات حول الديوبسايد

تبين من الدراسات المرجعية أن مجموعة سيلكات الكالسيوم لها خصائص حيوية جد جيدة بما في ذلك مجموعة الخزفيات الزجاجية، و أنها تعد في هذه الأونة موضوع جد مثير للاهتمام والبحث في ما يخص تطبيقات وترميم وزراعة النسيج العظمي [27]. ومن بين مواد مجموعة السيليكات الحيوية التي لها القدرة على إطلاق ايونات السيليكات بتركيز متفاوت نجد الديوبسيد ($\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$) الذي أصبح من المؤكد مساعدته للأرومة العظمية على النمو [28]، والذي له القدرة على تشكيل الأباتيت خارج الجسم (في سائل الجسم المقلد) والتشكيل العظمي داخل الجسم [29]. بل وأبعد من ذلك تأكد بأن الديوبسايد يمتلك بالإضافة لخصائصه الحيوية الجد جيدة مقاومة شد ممتازة وصلادة مجهرية جيدة ، وجد أيضا أن الديوبسايد جد مشابه حيويًا لمادة الولسطنيت (CaSiO_3) الواسعة التطبيقات فقط له نسبة حل أبطأ نسبيا [30]. وبناء على هذا يمكن أن يعتبر الديوبسيد في الوقت الحاضر كمادة حيوية من المحتمل أن تكون رائدة في مجال صناعة العظام والأسنان البديلة.

I.1.2. تعريف الديوبسايد

الديوبسايد مركب انو سلكاتي (INOSILICATES)، اكتشف من طرف أندرادا سنة 1890م واشتق اسمه من الكلمتين اليونانيتين (DI) وتعني اثنين أو مضاعف و(Opside) وتعني النظر [2].

I.2.2. خصائص الديوبسايد

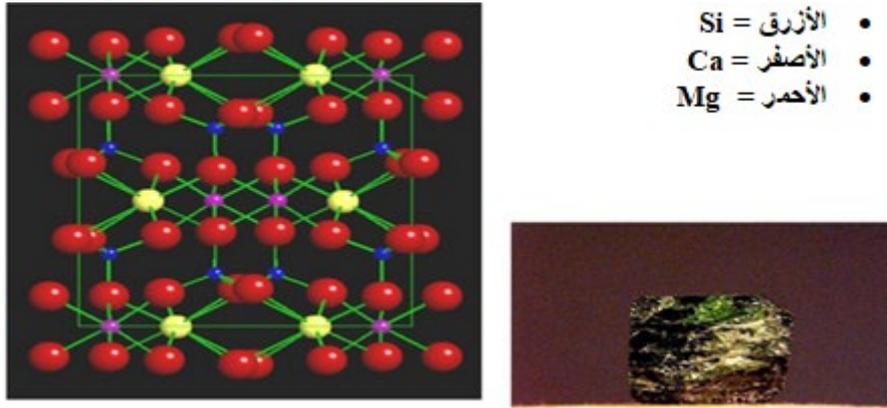
- ينتمي الديوبسايد الى مجموعة البيروكسان (Pyroxenes) [31].
- الديوبسيد مادة وجدت في نظام $\text{SiO}_2\text{-MgO-CaO}$ (الشكل I-9).
- الصيغة الكيميائية للديوبسايد (CaO.MgO.2SiO_2) [2].
- تقدر صلادة الديوبسايد من 5.5 إلى 6.5GPa [32].
- تقدر كثافة الديوبسايد النظرية 3.2g/cm^3 [33].
- ثابت عزل الديوبسايد $\epsilon_r = 7.16$
- يتواجد الديوبسايد كمركب غير عضوي بصفة خاصة في الصخور المتحولة الغنية بالكالسيوم [34].
- يكون الديوبسايد ذو لون ابيض أو رمادي أو اخضر أو اسود مخضر أو بني مصفر أو ازرق أو أصفر أو قرنفلي اللون.

■ البنية البلورية للديوبسايد

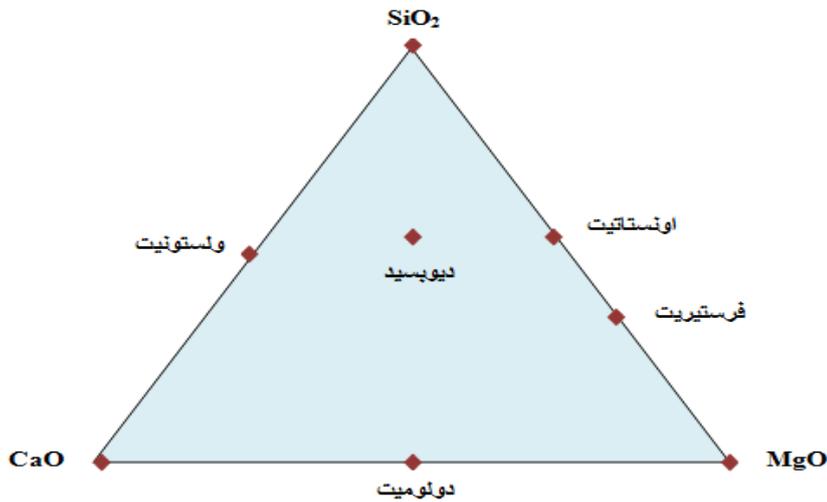
يتبلور الديوبسايد في بنية بلورية أحادية الميل (Monoclinique) [2]، وله ثوابت الشبكة التالية [33]:

$$a = 9.76 \text{ \AA} \quad b = 8.92 \text{ \AA} \quad c = 5.25 \text{ \AA}$$

$$\alpha = \gamma = 99^\circ \quad \beta = 105.79^\circ$$



الشكل I-8 البنية الذرية للديوبسايد



الشكل I-9 الرسم البياني لاتزان الأطوار مع توضيح منطقة الديوبسايد

I.3.2. طرق تحضير الديوبسايد و خصائصه الحيوية

إن الديوبسايد مركب نادر في الطبيعة، الشيء الذي أدى الى البحث عن طرق لتحضيره بأقل تكلفة مع الحفاظ على خصائصه الفيزيائية المميزة، حيث يعتمد تحضير الديوبسايد على إتباع واحدة من الثلاث طرق المتاحة والمتمثلة في :

1- التليد من المواد الأولية الصلبة

2 - طريقة محلول رغوي- هلام (Sol-Gel)

3 - طريقة الترسيب (Precipitation)

1. طريقة التليد من المواد الأولية الصلبة

• التحضير

قام الباحثان نونامي وتستسيمي (Nonami And Tsutumani) [12] بتحضير الديوبسايد وفق

الخطوات التالية :

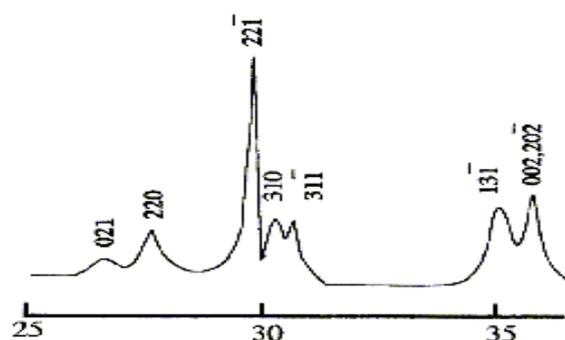
- خلط كميات محددة من الأكاسيد الأولية $CaCO_3$ و MgO و SiO_2 .

- كلسنة هذا المسحوق الناتج عند الدرجة $1100^\circ C$ لمدة 2 سا.

- سحق المكونات لمدة 90 دقيقة في وسط متحرك مزود بكرات من الزركونيوم.

- تليد العينات المحضرة عند الدرجة $1300^\circ C$ لمدة 2 سا.

وننتج انعراج الأشعة السينية لهذه العينات المحضرة عند الدرجة $1300^\circ C$ موضحة في الشكل I-10



الشكل I-10 يوضح نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية للديوبسايد الملبد

عند الدرجة $1300^\circ C$ لمدة 2 سا [12]

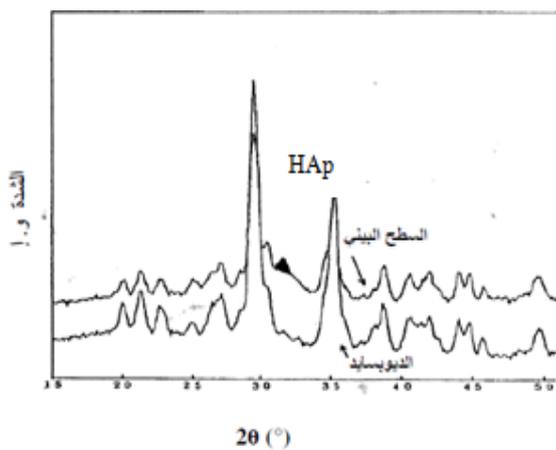
بعد ذلك قام الباحثان بتسجيل ودراسة خصائص هذا المركب المحضر و يلخص الجدول 4-I أهمها.

الجدول I-4 بعض خصائص مركب الديوبسايد المحضر عند درجة الحرارة 1300°C [12]

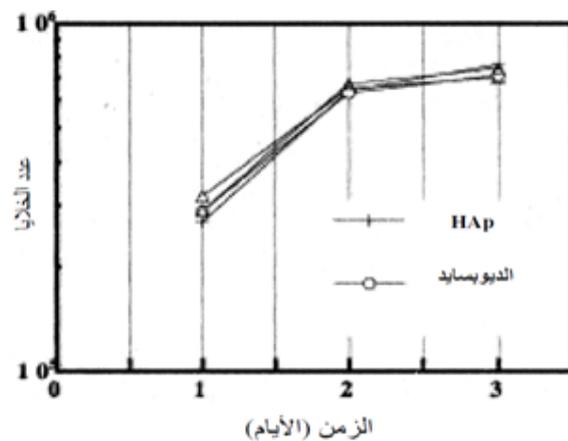
HA	النتائج	الخصائص
110	300	- مقاومة الثني (MPa)
-	3.5	-الصلادة المجهرية (GPa)
47	170	- معامل يونغ (GPa)
		- نسبة فقدان الكتلة للعينات المغموسة 48 ساعة
16.5	2.8	في حمض اللبن %
0.13	0.05	في محلول ملحي فسيولوجي %

• **دراسة الخصائص الحيوية للعينات المحضرة داخل الجسم**

قام الباحثان نونامي وتستسيمي [12] بزراعة عينات من الديوبسايد المحضرة داخل ثقوب تم انجازها في عظم الفك السفلي لأرنب التجربة وذلك بهدف تقييم فعالية استخدام الديوبسايد كمادة خزفية فعالة [12]. ويوضح الشكل I-11 النتائج المحصل عليها والتي تبين أن نسبة تزايد خلايا الالتصاق الأولي لمادة الديوبسايد لا تختلف كثيرا عن غيرها من المواد ذات الخصائص البيولوجية الجيدة كالهيدروكسيد اباتيت. ونتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية لديوبسايد السطح البيني بعد 12 أسبوعا الموضحة في الشكل I-12 تبين تشكل الهيدروكسيد اباتيت على السطح البيني. و منه تم التوصل الى أن الديوبسايد يعد مادة خزفية جد فعالة ذات خصائص بيولوجية جيدة بالإضافة الى انه غير مؤذي للجسم [12].



الشكل I-12 نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية لديوبسايد السطح البيني [12]

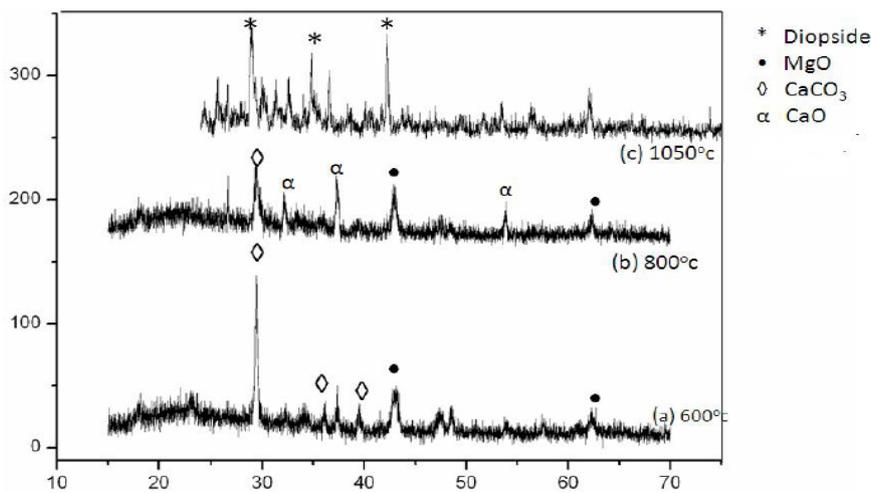


الشكل I-11 يمثل منحنى تزايد خلايا الالتصاق الأولي لكل من الديوبسايد و HAp [12]

2. طريقة محلول رغوي - هلام

• التحضير

- تتلخص المراحل المتبعة من طرف الباحث ناجار (Rahul Nagar) [34] لتحضير عينات من الديويسايد بطريقة هلام محلول- رغوي في الخطوات التالية :
- أولاً تحضير رماد قشر الأرز (RHA) المستخدم كمصدر للسيليكا SiO_2 وذلك بتسخين 2.8g منه حتى يتغير لونه عند 700°C لمدة 6 ساء، الرماد الناتج يحتوي على 98.9% من SiO_2 في الحالة اللابلورية والنسبة المتبقية تشمل عنصر الكالسيوم و البوتاسيوم والحديد [35].
 - حل كمية من رماد RHA المعالجة في محلول حمض الستريك (22.37g (2.5mol)).
 - اضافة 2.8g من نترات الكالسيوم تيتراهيدرات ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) و 5.45g من نترات المغنزيوم هيكساهيدرات ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ببطء مع التسخين، فيلاحظ زيادة لزوجة المحلول بالتدرج ثم يعزل هذا المحلول لمدة 1 سا حتى تكتمل مرحلة تكون الهلام.
 - يجفف الهلام عند 100°C ويطحن يدويا باستعمال الهاون.
 - كلسنة المسحوق الناتج عند 1050°C لمدة 2 سا ثم يطحن مرة أخرى بالهاون وفي النهاية تشكل العينات بضغط محوري يقدر بحوالي 3 طن وثابت لمدة دقيقة.
 - تليد العينات المحضرة عند 1100°C لمدة 2 سا.
- دلت نتائج تعريض العينات المحضرة للتحليل بواسطة انعراج الأشعة السينية على تشكل الديويسايد النقي (الشكل I-13).



الشكل I-13 يوضح نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية للديويسايد المحضر

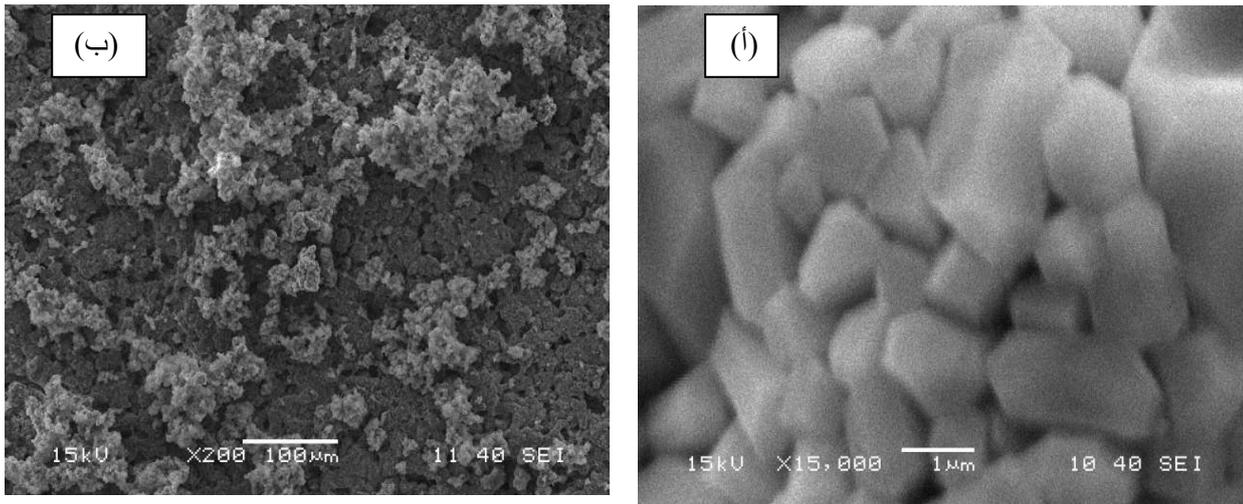
بإتباع طريقة هلام-محلول رغوي [35]

• دراسة الخصائص الحيوية للعينات المحضرة خارج الجسم

قام الباحث ناجار بغمس العينات المحضرة عند درجة حرارة 1100°C في سائل الجسم المقلد (SBF) المقترح من طرف كوكيبو (Kokubo) و زملاؤه سنة 1990م [36]. لمدة 7 أيام ثم 14 يوم عند درجة حرارة ثابتة 36.5°C . العينات المعالجة بواسطة SBF تم دراستها باستخدام المجهر الالكتروني الماسح (SEM) الذي بين وجود ترسب على سطح الديوبسايد و بالمقارنة مع نتائج الباحثين [9،37] وجد أن هذا الشكل يشبه التشكل الاباتي (الشكل I-14).

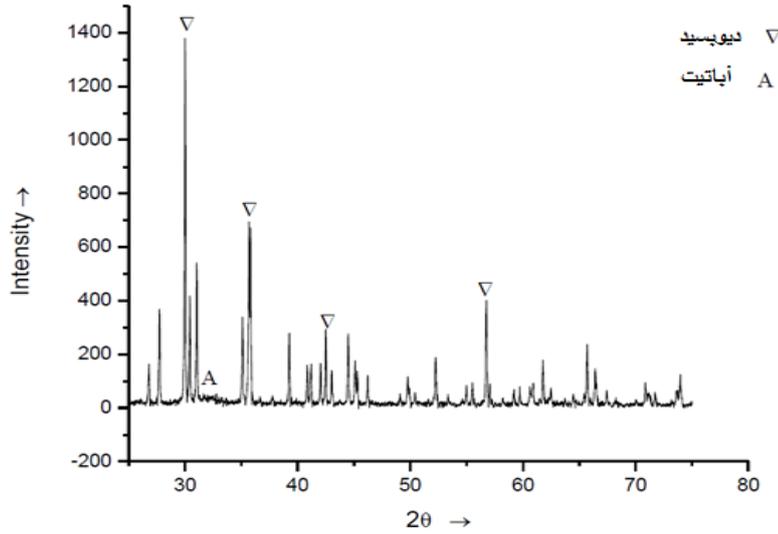
كما بين تحليل الطور السطحي للديوبسايد بواسطة الأشعة السينية تشكيل ذروة غير متبلورة عادة ما يتم تعيينها للاباتيت [37] الشكل I-15.

ومنه استنتج الباحث ناجار أن الديوبسايد المحضر بطريقة هلام – محلول رغوي له القدرة على تحفيز تكوين الاباتيت خارج الجسم.



الشكل I-14 يبين نتائج التحليل بواسطة المجهر الالكتروني الماسح لعينات الديوبسايد :

(أ) قبل الغمس
(ب) بعد الغمس لمدة 14 يوم



الشكل I-15 نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية لسطح الديوبسايد بعد 14 يوم من الغمس في SBF [37]

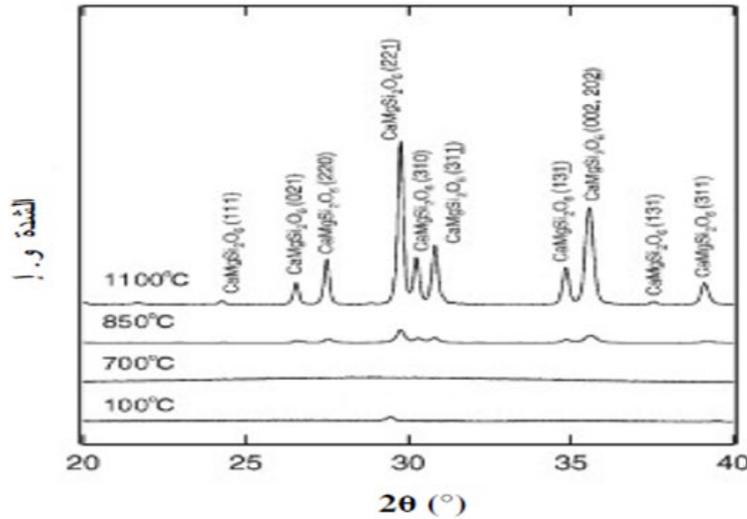
2. طريقة الترسيب

1. التحضير

تحضير الديوبسايد بطريقة الترسيب قام الباحث نوريوكي (Noriyuki) وزملاءه [38] بالخطوات

التالية:

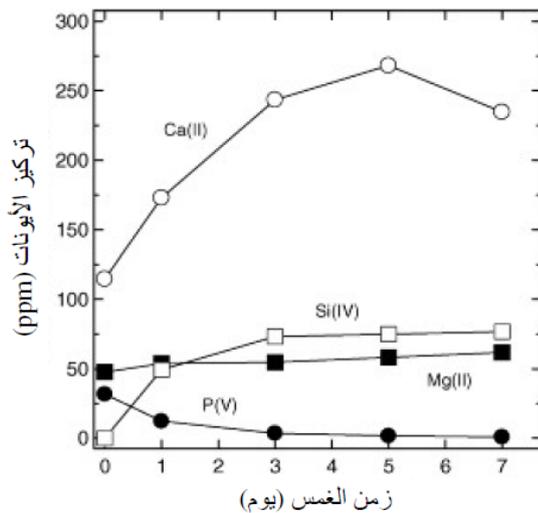
- حل 0.125 مول لكل من الأملاح المعدنية ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) و ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) في 150 ml من الايثانول $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ مع التحريك.
 - اضافة 0.125 مول من $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ مع خلط هذا المزيج الناتج باستمرار لمدة 2 سا.
 - اضافة الأمونيا (25%) الى المحلول المتجانس بهدف إنتاج الراسب مع ملاحظة أن درجة الحموضة للعالق الناتج تعدل في المجال 10.5 - 10.7 أثناء الترسيب.
 - ترشيح الراسب الناتج وتجفيفه عند 100°C لمدة 24 ساعة ثم طحنه يدويا باستعمال الهاون.
 - كلسنة المسحوق الناتج عند 700°C لمدة ساعتين ثم طحنه مرة أخرى يدويا بالهاون.
 - تشكيل العينات بضغط محوري يقدر بحوالي 50MPa.
 - في الأخير تلبد العينات المكبوسة عند 1100°C لمدة ساعتين.
- العينات الناتجة يتم عرضها للتحليل بواسطة انعراج الأشعة السينية وبينت نتائجها بداية تبلور مركب الديوبسايد عند 850°C واستمرار هذا التبلور حتى تشكل الديوبسايد النقي عند 1100°C (الشكل I-16).



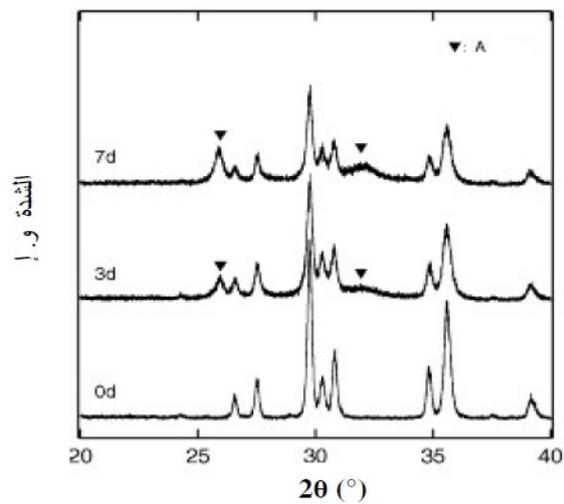
الشكل I-16 يوضح نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية للديوبسايد المحضر بطريقة الترسيب [38]

• دراسة الخصائص الحيوية للعينات المحضرة خارج الجسم

يتم غمس العينات المحضرة في 15ml من SBF لمدة ثلاثة ثم سبعة أيام وعند درجة حرارة ثابتة 36.5°C. بعد انقضاء المدة تزال العينات من السائل وتغسل بلطف في 10ml من الماء المقطر لمدة 5 دقائق ثم تجفف عند درجة حرارة الغرفة. نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية لسطح الديوبسايد قبل وبعد الغمس موضحة في الشكل I-17. كما يبين الشكل I-18 نتائج التحليل لتركيز ايونات SBF قبل وبعد الغمس لفترات زمنية متباينة. اذ لاحظ الباحث نوريوكي من خلال الشكلين تغير تركيبة ديوبسايد السطح.



الشكل I-18 نتائج التحليل لتركيز ايونات سائل الجسم المقلد قبل وبعد الغمس لفترات زمنية مختلفة [38،39]



الشكل I-17 نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية لسطح الديوبسايد قبل وبعد الغمس في سائل الجسم المقلد [38،39]

الفصل الثاني

الطرق التجريبية والأجهزة المستعملة

تطرقنا في بداية هذا الفصل لماهية المواد الأولية المستعملة في تحضير مركب الديوبسايد، ثم تناولنا مختلف الطرق التجريبية المتبعة لذلك وكذلك الإضافة المقحمة خلال هذه الدراسة، وفي الأخير تطرقنا لطرق التحليل والقياس وأهم الأجهزة المستعملة.

الطرق التجريبية والأجهزة المستعملة

II.1.1 الدراسة التجريبية المتبعة

II.1.1 تحضير الديوبسايد

لتحضير مركب الديوبسايد ذو الصيغة الكيميائية (CaMgSi₂O₆) نحتاج لخلط الدولوما (CaO.MgO) المستخلصة من الدولوميت المحلي (CaCO₃.MgCO₃) و أكسيد السيليسيوم المخبري SiO₂.

1. الدولوميت

أطلق اسم الدولوميت المشتق من اسم الباحث الفرنسي ديودات دي دولوميو على الحجر الرسوبي ذو التركيبة CaCO₃.MgCO₃، كما يطلق كذلك على الحجر الذي يحوي على الأقل 50% من المركب. والدولوميت ليس خليطاً من كربونات الكالسيوم وكربونات المغنيزيوم وإنما هو عبارة عن مركب كيميائي واحد [40].

• خصائص الدولوميت

- ✓ صلابته المجهرية تتراوح من 3.5 الى 4GPa، وكتلته الحجمية النظرية 2.872 g/cm³.
- ✓ يتواجد الدولوميت على شكل صخور في جميع أنحاء العالم. لونه ابيض بينما وجود الشوائب كالمواد الكربونية أو مركبات الحديد يعطي له ألواناً تمتد من البرتقالي الى الأزرق فالأسود [41].
- ✓ شبكته البلورية ثلاثية متساوية الأحرف (موشور سداسي) [42]، أبعادها البلورية :

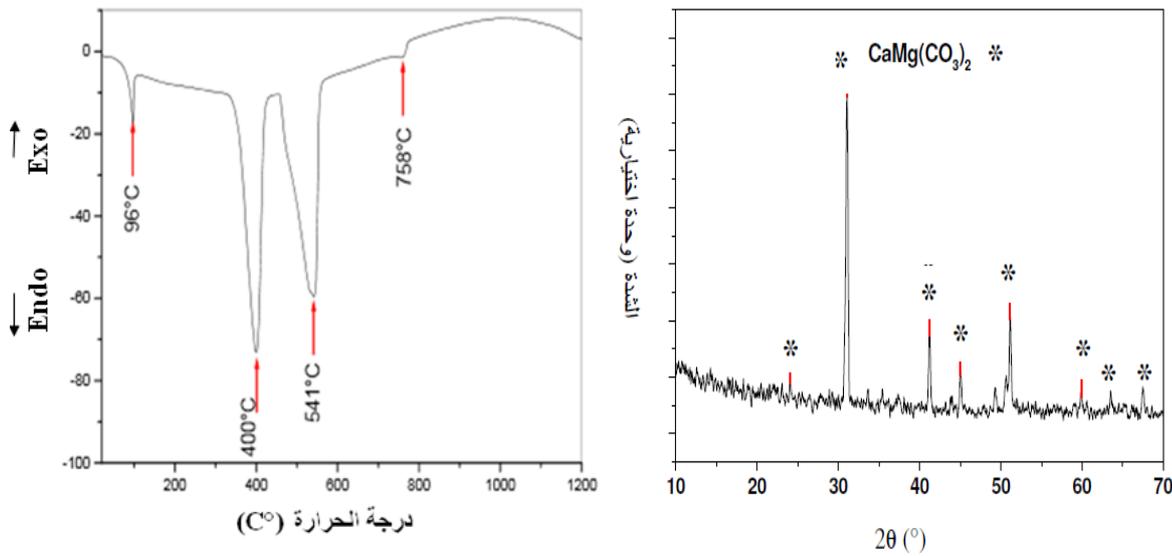
$$\alpha = \beta = \gamma = 47.7^\circ \quad \text{و} \quad a = b = c = 6.02 \text{ \AA}$$
- ✓ يبين الجدول II-1 التركيب الكيميائي للدولوميت المحلي D2 و يعبر عنه كنسبة مئوية من الكتلة.

الجدول II-1 التركيب الكيميائي للدولوميت

الأكاسيد	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	SiO ₂
الكتلة (%)	58.08	41.27	0.05	0.02	0.02	0.00

ويوضح الشكل II-1 نتائج انعراج الأشعة السينية لدولوميت محلي وذلك بعد مقارنة كل خطوط الانعراج التابعة لمسحوق الدولوميت D2 مع JCPDS، ولم يظهر لنا في الطيف المستخلص أية شائبة أو طور آخر، الأمر الذي يثبت النقاوة العالية نسبيا للدولوميت المحلي.

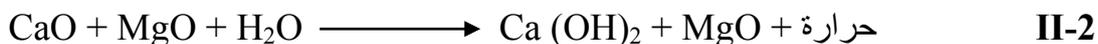
و الشكل II-2 يبين نتائج التحليل التفاضلي (DTA) له حيث يتبين خروج أكسيد الكربون نهائيا من الدولوما عند 900°C ويتم تسجيل وجود أربعة قمم للحرارة:
 (1) عند 96°C المقابلة لدرجة حرارة خروج الماء من المسحوق.
 (2) عند 326°C يتم تسجيل ذروة ماصة للحرارة قوية جدا وشديدة حيث تتوافق مع خروج الهيدروكسيد من هيدروكسيد المغنيسيوم و يتم الوصول إلى الحد الأقصى عند درجة حرارة 400°C .
 (3) عند 454°C يتم تسجيل ذروة ماصة للحرارة قوية وتتوافق مع بداية عملية خروج الهيدروكسيد من هيدروكسيد الكالسيوم.
 (4) عند 758°C يتم تسجيل ذروة مبدئية رابعة وهو ما يتوافق مع تحلل الكالسيت المتبقي.

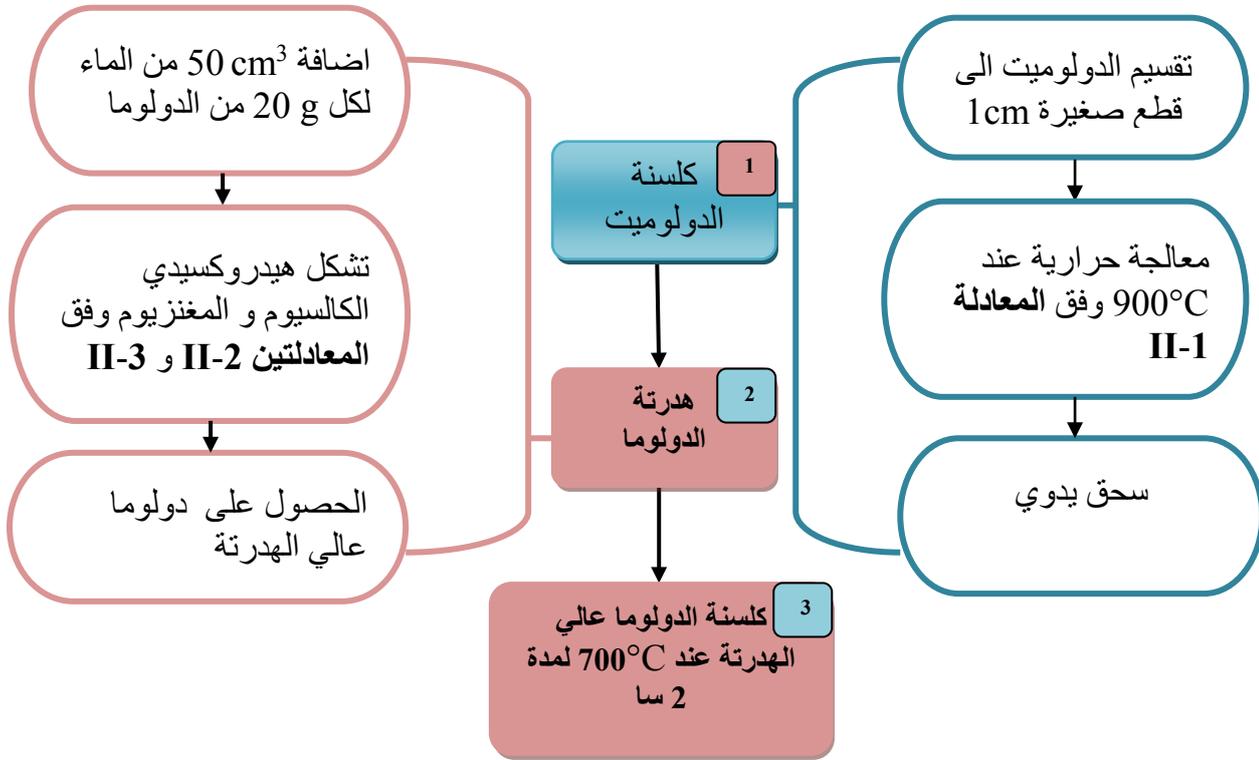


الشكل II-1 انعراج الأشعة السينية لمسحوق الدولوميت المحلي
 الشكل II-2 منحني DTA لعينات الدولوميت المحلية

• تحضير الدولوما

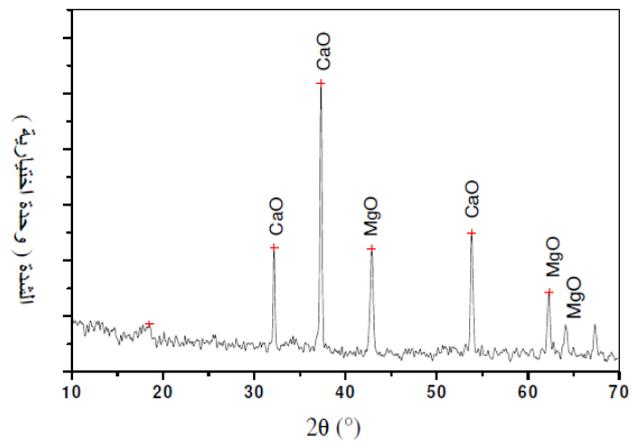
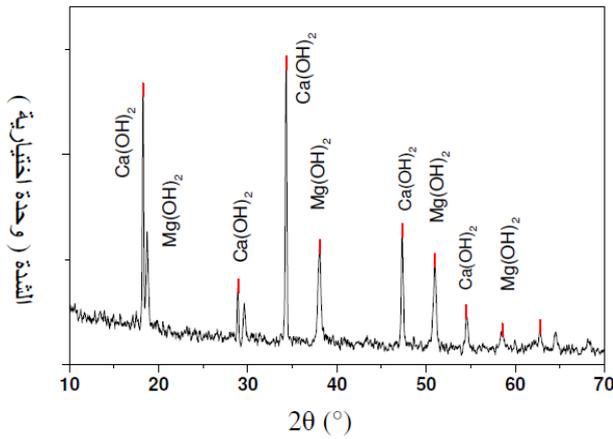
يحضر مركب الدولوما وفق ثلاث مراحل [43] مبينة في المخطط II-1 ووفق المعادلات التالية :





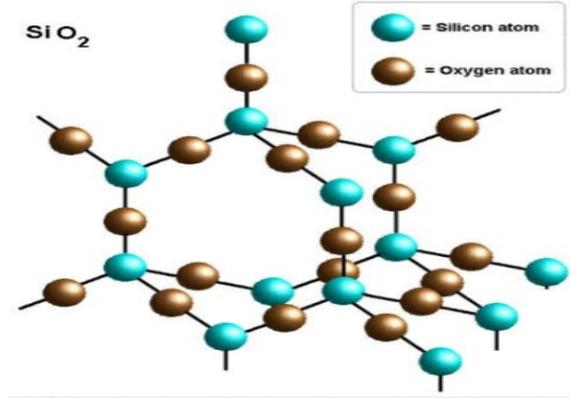
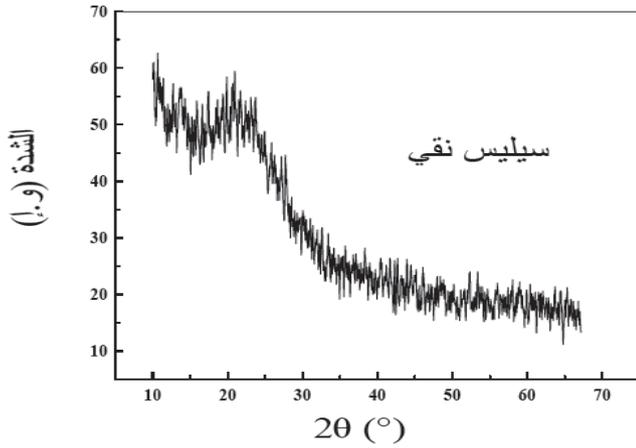
المخطط II-1 مراحل تحضير الدولوما

حيث أكدت نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية المبينة في الشكلين II-3 و II-4 استخلاص الدولوما من الدولوميت المحلي ثم تحقق عملية الهدرتة على التوالي .



2. أكسيد السيليسيوم (SiO_2)

يتواجد أكسيد السيليسيوم في الطبيعة بنسب جيدة وبنى بلورية متعددة (الشكل II-5) ونذكر منها الكوارتز والتريديميت والكريستوباليت الذي يتبلور على شكل خلية مكعبة بينما استعملنا في هذه الدراسة أكسيد السيليسيوم النقي في الحالة اللابلورية كما هو مبين في الشكل II-6.

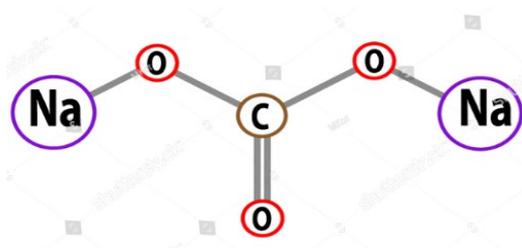


الشكل II-5 يمثل البنية الذرية لأكسيد السيليسيوم
الشكل II-6 يمثل طيف انعراج الأشعة السينية لأكسيد السيليسيوم النقي.

II.2.1 الإضافة (كربونات الصوديوم (Na_2CO_3))

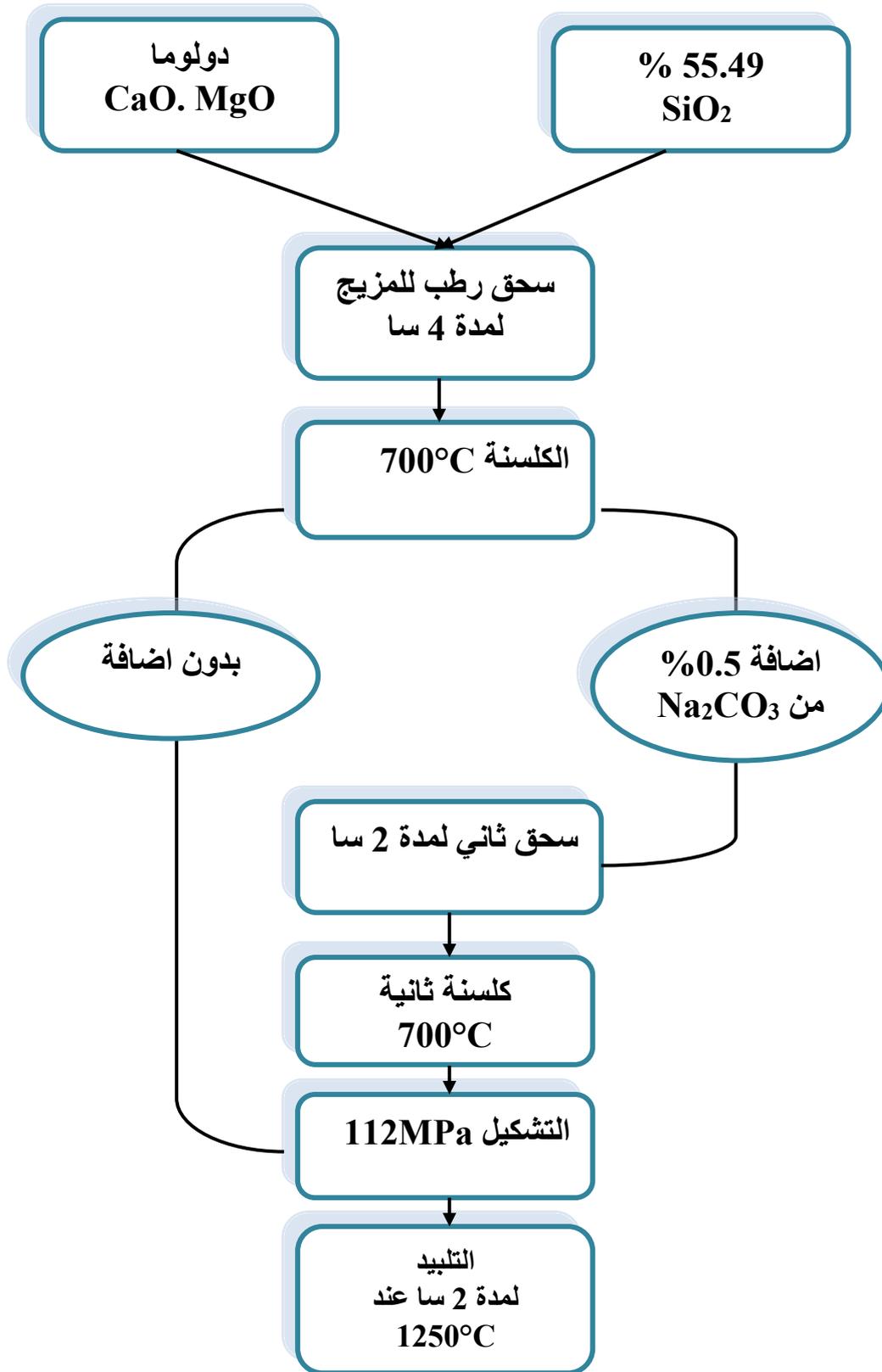
كربونات الصوديوم أو مايسمى برماد الصودا هو مركب كيميائي صيغته الكيميائية (Na_2CO_3) يتواجد على شكل مسحوق بلوري ابيض له خاصية قلوية. درجة حرارة ذوبانه هي 851°C و يمكن أن يتواجد طبيعيا أو صناعيا ويبين الشكل II-7 البنية البلورية له.

كما بينت الدراسات المرجعية أن لكربونات الصوديوم دور مهم في خفض درجة حرارة التبلور والتليد وأثبتت أن لإضافته وبنسب قليلة (0.5%) دور كبير في تحسين بعض الخصائص الفيزيائية المميزة لمادة الأنورثيت [44].



الشكل II-7 بنية كربونات الصوديوم.

ويبين المخطط II-2 أهم المراحل المتبعة لتحضير الديوبسايد :



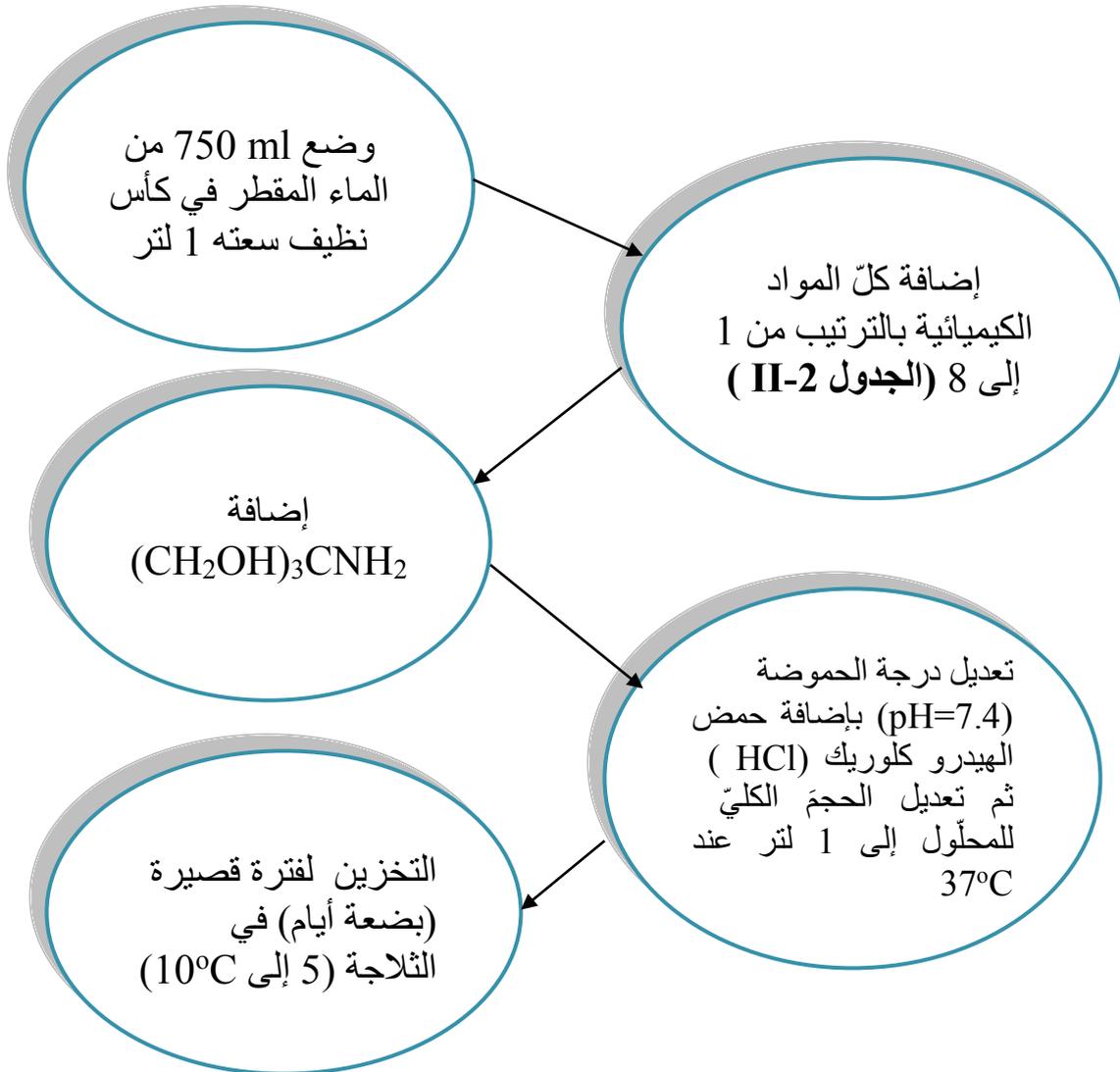
المخطط II-2 مراحل تحضير الديوبسايد

II.3.1. دراسة النشاط الحيوي خارج الجسم

أصبحت الدراسة خارج الجسم من المتطلبات الأساسية للتطبيقات السريرية، كما أنها تزودنا بمعلومات جد مفيدة بالنسبة للتأثيرات المتوقعة و تمكن من التقييم المسبق للتجربة داخل الجسم بأقل تكلفة ممكنة.

1. تحضير سائل الجسم المقلد

يبين المخطط II-3 المراحل المتبعة لتحضير SBF وفق كوكيبو [45] والجدول II-2 يبين المركبات اللازمة لذلك.



المخطط II-3 مراحل تحضير سائل الجسم المقلد

الجدول II-2 المركبات اللازمة لإعداد سائل الجسم المقلد بالترتيب

الترتيب	المركبات	الكمية (g)
1	NaCl	7.996
2	NaHCO ₃	0.350
3	KCl	0.224
4	K ₂ HPO ₄ .3H ₂ O	0.228
5	MgCl ₂ .6H ₂ O	0.305
6	محلول 1N- HCl	35 ml
7	CaCl ₂ .H ₂ O	0.368
8	Na ₂ SO ₄	0.071
9	(CH ₂ OH) ₃ CNH ₂	6.057
10	المحلول المخفف 1N- HCl	10ml

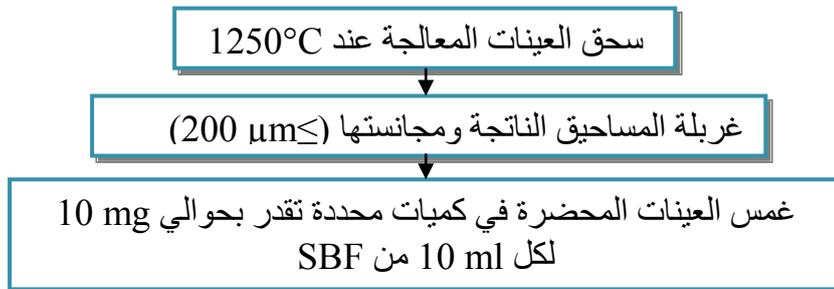
وفي الأخير نتحصل على مركب SBF مماثل لبلازما الدم كما هو مبين في الجدول II-3

الجدول II-3 التركيز الأيوني النهائي لسائل الجسم المقلد وبلازما الإنسان [45]

	تركيز الايونات (mM/L)							
	Na ⁺	K ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Cl ⁻	HCO ₃ ⁻	HPO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻
SBF	142.0	5.0	1.5	2.5	148.5	4.2	1.0	0.5
بلازما الإنسان	142.0	5.0	1.5	2.5	103.0	27.0	1.0	0.5

2. تحضير العينات للغمس في سائل الجسم المقلد

يتم تحضير العينات للغمس في SBF بتتبع الخطوات المبينة في المخطط II-4



المخطط II-4 يبين مراحل تحضير العينات للغمس في SBF

II.2. طرق التحليل والقياس

لدراسة الخصائص الفيزيائية للمواد نستعمل بغض طرق التحليل الفيزيائية والتي تعتبر من أهم المراحل التجريبية حيث تعتمد هذه الأخيرة على دراسة نتائج استجابة المواد وذلك بعد إثارتها بواسطة منابع محددة.

II.2.2. التحليل باستعمال الأشعة X

توجد طريقتان أساسيتان، الأولى تعرف بطريقة ديبراي ويتم فيها تسجيل الطيف على فلم حساس، أما الطريقة الثانية فهي دقيقة في معلوماتها وتعرف بطريقة المسحوق يستعمل فيها إشعاع وحيد اللون، ويتم التسجيل باستعمال عداد خاص حيث يوصل هذا الأخير بجهاز رسم يقوم برسم مخطط الانعراج، هذه التقنية تسمح بتأثير خطوط الانعراج حيث يرفق بكل خط قيمتين محسوبيتين هما d_{hkl} و I على التوالي الشدة و المسافة الشبكية هذه الأخيرة تحسب من قانون براغ العلاقة II-4

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad \text{II-4}$$

ويمكن الحصول على قائمة الثنائيات (d_{hkl}, I) انطلاقاً من قوائم مميزة لكل عنصر أو مركب، هذه القوائم تم إعدادها مسبقاً ووضعت على شكل كتب في نظام بطاقات تسمى بطاقات JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) تكون مرتبة تبعاً لقيم d_{hkl} للخطوط الثلاثة الأكثر شدة لكل عنصر أو طور وهي تعتبر كافية لتحديد ماهية المادة. توضع المادة المراد تحليلها في مركز الانحناء وتعرض لمدة 30 دقيقة لإشعاع وحيد اللون ذي طول ($\lambda=0.154 \text{ nm}$) ناتج من مهبط النحاس تحت توتر كهربائي 40KV وشدة تيار 30mA.

II.3.2. المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)

وهو من أهم أجهزة التصوير المجهرية والتي لها الكثير من التطبيقات الرئيسية و المهمة في مجال علوم المادة والعلوم الطبية يتميز بقدرته التكبيرية العالية جدا و التي تصل الى أكثر من نصف مليون مرة يستطيع دراسة أسطح العينات وتركيباتها الدقيقة ومكوناتها الكيميائية وسماكتها وكذلك أحجام الجسيمات والجزئيات، وترتكز هذه التقنية على مبدأ التفاعل إلكترون - مادة وهذا تسليط حزمة الكترونية على العينة المراد دراستها فتصطدم هذه الحزمة عموديا بسطح العينة، يتم بعد ذلك جمع مختلف الإشارات المنعكسة والصادرة من العينة باستخدام كواشف مختلفة للحصول على معلومات تخص العينة المدروسة (الشكل II-8).

فإذا تم قصف سطح بواسطة شعاع الكتروني أولي فيمكن إصدار عدة إشعاعات مثل الإلكترونات الثانوية والإلكترونات المبعثرة والكترونات Auger أو أشعة X.



الشكل II-8 رسم تخطيطي لمبدأ عمل SEM

و هذا ما يسمح بتكوين صورة ثلاثية الأبعاد للسطح، وبما أن العينات المدروسة عازلة كهربائياً يتم تغطيتها بطبقة رقيقة من الذهب لإكسابها ناقلية تسمح لنا بالحصول على الصور المطلوبة.

II.4.2. قياس الكتلة الحجمية

يتم قياس الكتلة الحجمية لعينة ما بواسطة قياس أبعادها المتمثلة في القطر والسمك، بواسطة جهاز بالمر التي تصل دقة قياسه إلى $10\mu\text{m}$ ، وكذلك قياس كتلة العينات بواسطة ميزان حساس تصل دقة قياسه إلى 0.0001g . العلاقة II-5 تمثل قانون حساب الكتلة الحجمية :

$$\rho = (\%)\rho_{\text{teh}} / \rho_{\text{exp}} \quad \text{II-5}$$

II.5.2. قياس الصلادة المجهرية

يتم حساب الصلادة المجهرية بتطبيق العلاقة II-6

$$H_v \text{ (GPa)} = 1.8544 P/d^2 \quad \text{II-6}$$

حيث: P : الوزن المطبق بالكيلوغرام الثقلي، d: قطر فيكارس ويقاس بالميكرومتر.

ويتم قياس الأخطاء التجريبية باستعمال العلاقة II-7

$$\Delta \sigma = \frac{1}{n} \sqrt{\sum_{1}^n (\sigma_0 - \sigma_n)^2} \quad \text{II-7}$$

حيث: σ_n القيمة المتوسطة و n عدد العينات المختبرة في نفس الشروط

II.6.2. قياس مقاومة الشد

تتم عملية المقاومة بتطبيق قوة ضغط خارجية قطريا على المساحة الخارجية للينة وتعطى عبارة الشد بالعلاقة التالية:

$$\sigma_t \text{ (MPa)} = 2P/\pi dh \quad \text{8-II}$$

حيث: P : قوة التشدخ، h و d: قطر وسمك العينة على التوالي
تستنتج مقاومة الشد (σ_f) من خلال العلاقة التالية:

$$\sigma_f \approx 2.7 \sigma_t \quad \text{9-II}$$

II.3. أهم الأجهزة المستعملة

II.3.1. جهاز حيود الأشعة السينية

جهاز حيود الأشعة المستعمل من نوع D8-Advanced من إنتاج شركة Beuker-Semant وللقيام بعملية التحليل الكيفي للمادة يكفي تأشير خطوط الانعراج وترتيبها حسب تزايد شدتها ثم العودة إلى بطاقات ASTM للكشف عن هذا العنصر أو الطور.

2.3.II. المجهر الإلكتروني الماسح

تمت الملاحظة المجهرية لمختلف العينات المدروسة بواسطة مجهر إلكتروني ماسح من نوع .HITACHI, JSM-6301 F

3.3.II. الأفران الكهربائية

تتم عملية الكلسنة للعينات باستخدام فرن كهربائي من نوع feredi Firman ذو درجة حرارة قصوى تصل إلى حوالي 1100°C مزود بإمكانية البرمجة لسرعة التسخين ودرجة الحرارة وزمن المعالجة. أما في عملية التليد فتتم بإستعمال فرن NABERTHERM من نوع KANTHALAPM ذو درجة حرارة قصوى تصل إلى حوالي 1400°C بسرعة تسخين لا تتجاوز 6 C/min .

4.3.II. جهاز سحق

جهاز سحق يعتمد على التصادم بين كريات الألومين نتيجة الحركة الدورانية الاهتزازية التي تتعرض لها وذلك بوجود كمية من الماء المقطر.

5.3.II. جهاز قياس الأيونات باللهب

يستعمل لقياس تركيز أيونات سائل الجسم المقلد جهاز من نوع Jenway PFP7 الموجود في جامعة تبسة بمخبر المناجم.

6.3.II. جهاز البالمر

يستعمل جهاز البالمر لقياس قطر وسمك العينات الملبدة وتصل دقة قياسه إلى $10\mu\text{m}$.

7.3.II. جهاز الحاضنة الكهربائية

يستخدم لتوفير درجات الحرارة الملائمة لنمو الأحياء المجهرية على الأوساط الزراعية.

8.3.II. جهاز قياس الصلادة المجهرية

لقد تم قياس الصلادة المجهرية لمختلف العينات بواسطة جهاز خاص بقياس الصلادة المجهرية من نوع ZWick/Roell والموجود على مستوى جامعة سطيف.

9.3.II. مقياس مقاومة الشد

استخدمنا جهاز من نوع (Form-testseidner) دقة قياسه حوالي 0.04 KN.

10.3.II. الميزان

يستخدم ميزان من نوع ksERN ARS 220-4 وذو دقة قياس $d=0.0001g$ كما هو مبين في

الشكل 9-II.

11.3.II. جهاز التحليل الحراري التفاضلي DTA

وهو جهاز كما في الشكل 10-II يستخدم لقياس الفرق في درجة الحرارة بين العينة والجسم المرجعي كدالة في الوقت أو درجة حرارة العينة.



الشكل 10-II جهاز ATG-ATD



الشكل 9-II ميزان kern ARS220-4

الفصل الثالث

النتائج التجريبية ومناقشتها

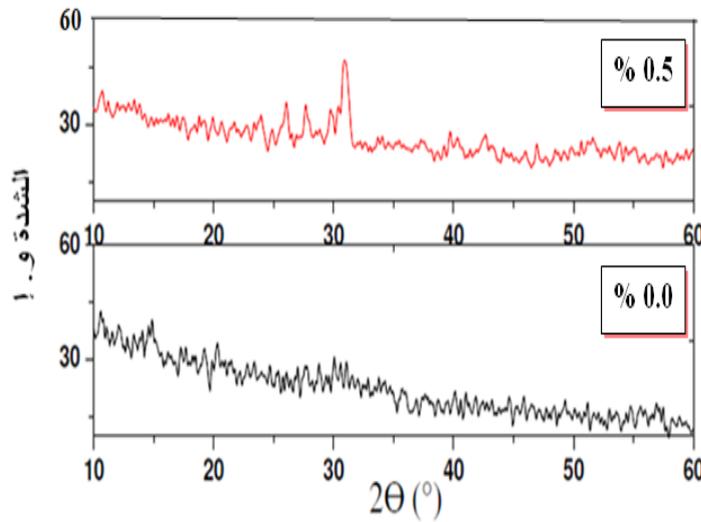
يشتمل هذا الفصل على أهم النتائج التجريبية المتحصل عليها ومحاولة مناقشتها بالاستناد إلى الدراسة المرجعية، وذلك بدراسة تأثير إضافة نسبة 0.5% من كربونات الصوديوم على كل من نسبة التليد و الخصائص الميكانيكية والحيوية لعينات الديوبسايد المحضرة.

النتائج التجريبية ومناقشتها

ككل المركبات الخزفية قمنا بتحضير مركب الديوبسايد بالإعتماد على عملية التليد، وفي محاولة منا لتحسين خصائص العينات المتحصل عليها أضفنا نسبة 0.5% من كربونات الصوديوم (Na_2CO_3) التي نعتقد أنها ترفع من فعالية التليد وتحسن الخصائص الميكانيكية والحيوية لمركب الديوبسايد المحضر، كما تؤدي الى تحقيق أهم ما نسعى إليه في هذا البحث وهو إمكانية تشكيل HA.

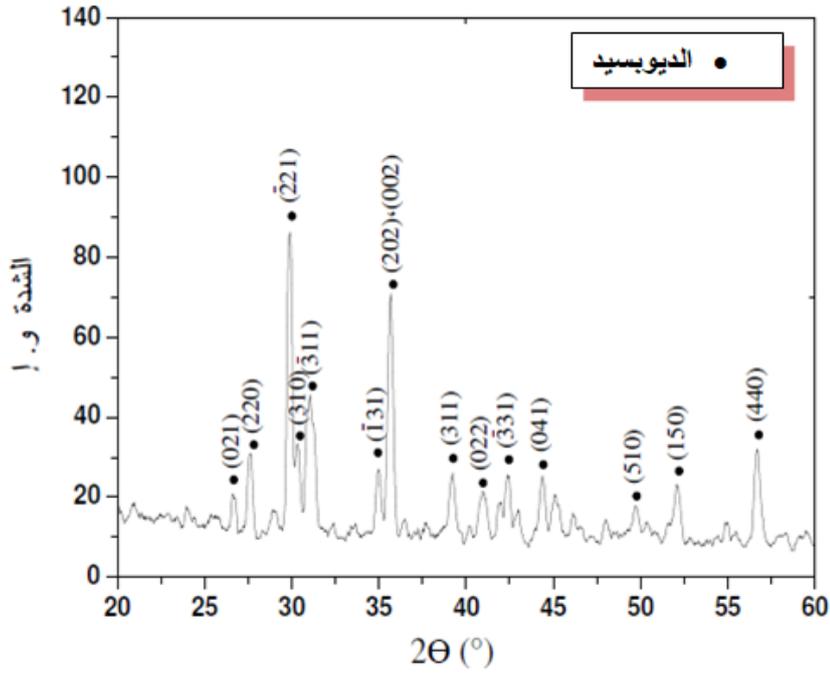
1.III. دراسة تأثير الإضافة في تبلور مركب الديوبسايد

لدراسة تأثير الإضافة في تبلور مركب الديوبسايد يتم تعريض العينات إلى الأشعة السينية وتسجيل الأطياف الموافقة لها. فمن خلال مقارنة أطياف الانعراج المسجلة عند درجة الحرارة 740°C و المبينة في الشكل III-1 يتضح لنا بداية تبلور مركب الديوبسايد بالنسبة للعينات المضاف لها 0.5% من Na_2CO_3 ، أما العينات من دون اضافة فتبقى في حالة لا بلورية عند نفس الدرجة 740°C .

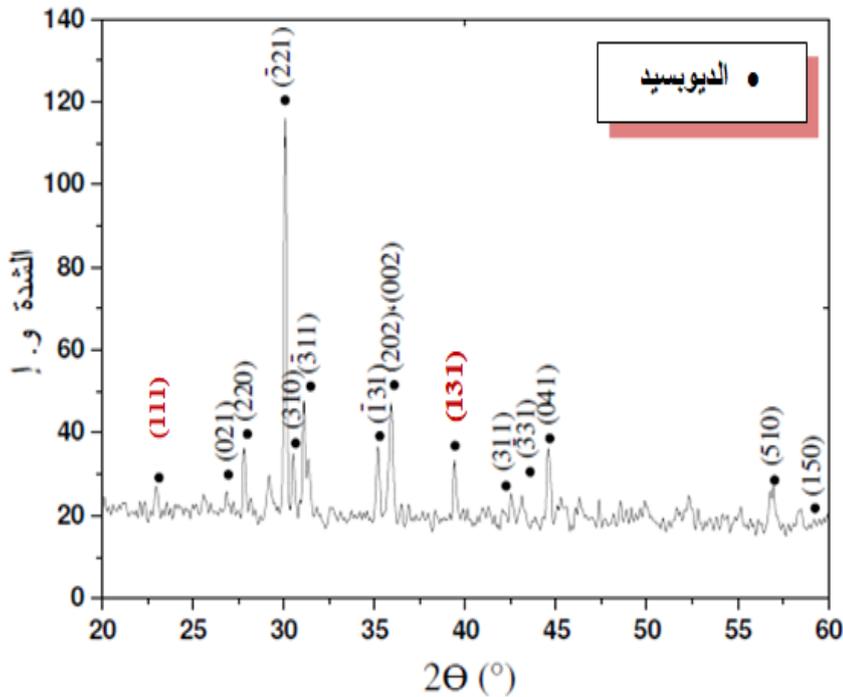


الشكل III-1 يمثل أطياف الانعراج من دون إضافة وبإضافة 0.5% من كربونات الصوديوم عند درجة الحرارة 740°C

كما يتضح من خلال ملاحظة أطياف الانعراج المسجلة عند درجة الحرارة 1250°C والمبينة في الشكل III-2 والشكل III-3 أن العينات الملبدة بإضافة 0.5% من Na_2CO_3 توجد في حالة بلورية أكثر منها بالنسبة للعينات من دون إضافة وهذا عند نفس الدرجة 1250°C .



الشكل III-2 يمثل طيف الانعراج لعينات الديوبسايد الملبدة من دون إضافة عند درجة الحرارة 1250°C



الشكل III-3 يمثل طيف الانعراج لعينات الديوبسايد الملبدة بإضافة نسبة 0.5% من كربونات الصوديوم عند درجة الحرارة 1250°C

إن ما يمكن استخلاصه من خلال دراسة تأثير الإضافة على تبلور الديوبسايد، أن بلورة الديوبسايد يمكن أن تتم عند درجة حرارة أقل من 750°C (درجة الحرارة المسجلة للعينات من دون إضافة [3]) وذلك بإضافة 0.5% من كربونات الصوديوم.

III.2.2. دراسة تأثير إضافة 0.5% من كربونات الصوديوم على الخصائص الفيزيائية والكيميائية لمركب الديوبسايد

بعدما قمنا في ما تقدم من دراسة بدراسة تأثير الإضافة على تبلور مركب الديوبسايد ارتأينا كذلك دراسة بعض خصائصه المتعلقة بتطبيقاته عمليا ومن بينها نسبة التلييد والخصائص الميكانيكية المتمثلة في الصلادة المجهرية و مقاومة الثني، وكذا مقاومة التآكل لها مع كل من حمض اللبن والمحلل الملحي الفيزيولوجي، وذلك للعينات المحضرة من دون إضافة و بإضافة نسبة 0.5% من Na_2CO_3 عند درجة الحرارة 1250°C والنتائج المتحصل عليها مدونة في الجدول III-1.

الجدول III-1 يبين بعض خصائص مركب الديوبسايد المسجلة قبل وبعد إضافة 0.5% من كربونات

الصوديوم للعينات المحضرة عند درجة الحرارة 1250°C

النسبة		الخصائص
0.5%	0.0%	
96.9	86.2	■ نسبة التلييد
5.7	4.1	■ الصلادة المجهرية (GPa)
71	62	■ مقاومة الشد (MPa)
		■ فقدان الكتلة للعينات المغموسة 48 ساعة
0.20	0.24	في حمض اللبن
0.11	0.13	في محلول ملحي فسيولوجي

2.2 تأثير إضافة 0.5% من Na_2CO_3 على نسبة التلييد

إن ما نلاحظه بالنسبة لنسبة التلييد هو ارتفاعها عند إضافة نسبة 0.5% من Na_2CO_3 والمقدرة بـ 96.9%، بينما لم تتجاوز نسبة التلييد 86.2% بالنسبة للعينات من دون إضافة والمحضرة عند نفس

الدرجة 1250°C . ويعود هذا الارتفاع إلى الدور المهم لنسبة الإضافة في تشكيل الطور السائل وبالتالي ملأ الفراغات مما يؤدي إلى تكثيف أحسن للمادة وتحسين نسبة التلييد على عكس العينات من دون إضافة.

III.3.2 تأثير إضافة 0.5% من Na_2CO_3 على الخصائص الميكانيكية

كما سبق لنا و علمنا أن أهم ما يعيق إقحام المواد الخزفية الفعالة في عملية الزراعة داخل الجسم هو رداءة الخصائص الميكانيكية لها، إذ يجب على المادة أن تكون صلبة بما يكفي وقادرة على تحمل الضغط الكبير وذلك بغية قيامها بالوظيفة المرجوة منها على أحسن وجه، الأمر الذي جعلنا نسعى لتحسين هذه الخصائص.

1. تأثير الإضافة على الصلادة المجهرية

لاحظنا ارتفاع قيمة الصلادة المجهرية بشكل سريع وذلك عند إضافة نسبة 0.5% من Na_2CO_3 الذي ساهم بصفة جيدة في تحسينها والتي بلغت 5.7GPa ، في حين لم تتجاوز 4.1GPa بالنسبة للعينات من دون إضافة، وهي قيمة جد مرتفعة مقارنة بقيمة الصلادة المجهرية المتحصل عليها من طرف نونامي وتستسيمي في الدراسة المرجعية والمقدرة بـ 3.5GPa [12]. وهي كذلك مرتفعة مقارنة بالصلادة المجهرية لميناء السن المقدرة بـ 4.0GPa [17]، كما أنها تضاهي أيضا قيمة الصلادة المجهرية لمادة الاباتيت المضاف له الديوبسايد المركب (HA+D Composite) التي قدرت بـ 5.4GPa [7]. وبالعودة لنسبة التلييد نلاحظ أن قيمة الصلادة متوافقة معها وما نستنتج من ذلك هو أن الصلادة المجهرية تتعلق تعلقا شديدا بنسبة التلييد وأن العينات الأكثر تكثيفا هي التي تكون لها صلادة مجهرية عالية.

2. تأثير الإضافة على مقاومة الشد

إن ما يمكن ملاحظته بالنسبة لمقاومة الشد هو ارتفاعها إلى 71MPa (ما يقابل مقاومة ثني MPa 191.7) عند إضافة نسبة 0.5% من Na_2CO_3 ، في حين لم تتجاوز 62MPa (ما يقابل مقاومة ثني MPa 167.4) من دون إضافة، وهي قيمة مرتفعة جدا إذا ما قورنت بمقاومة الشد لمادة HA المقدرة بـ 35MPa [5]، كما أنها تعد نتيجة مقارنة بقيمة مقاومة الشد لمادة الاباتيت المضاف له الديوبسايد المركب (HA+D Composite) والمقدرة بـ 70MPa [7]. وبالعودة للنتائج الخاصة بقيم مقاومة الثني ومقارنتها بتلك الخاصة بنسبة التلييد نجد توافقا بين الزيادة في نسبة التلييد وارتفاع مقاومة الثني وهذا يثبت من جديد دور الإضافة في تحسين الخصائص الميكانيكية لمركب الديوبسايد.

III.4.2. تأثير الإضافة على نسبة فقدان الكتلة

لقد تم إدراج اختبار مقاومة المواد الخزفية الفعالة للأحماض والوسط الحيوي في الدراسة نظراً لأهمية هذه الخاصية وارتباطها الوثيق بالتطبيقات المباشرة المرجوة من المواد الخزفية الفعالة. ولمعرفة مدى فعالية إضافة نسبة 0.5% من Na_2CO_3 في خفض نسبة فقدان الكتلة درسنا تأثير كل من محلول حمض اللبن والمحلول الملحي الفيزيولوجي في كتلة العينات قبل وبعد الإضافة وذلك بغمس عينات من الديوبسايد المحضرة عند درجة الحرارة 1250°C في كميات محددة من حمض اللبن والسائل الفيزيولوجي عند درجة حرارة ثابتة 37°C وفي وسط مزود باهتزاز بسيط لمدة 48 ساعة.

1. في محلول حمض اللبن

لاحظنا فيما يتعلق بهذا الجانب تناقص نسبة فقدان الكتلة مع محلول حمض اللبن من 0.24 للعينات من دون إضافة إلى 0.20 للعينات المحضرة بإضافة 0.5% من Na_2CO_3 ، وهي نسبة جد منخفضة مقارنة بنسبة الفقدان في الكتلة للديوبسايد المدروس من طرف نونامي و تسيتسيمي [12] المبينة في الدراسة المرجعية و التي تقدر بـ 2.8 وذلك بالنسبة لنفس مدة الغمس (48 ساعة).

2. في المحلول الملحي الفسيولوجي

نلاحظ كذلك تناقص نسبة فقدان الكتلة مع المحلول الملحي الفسيولوجي من 0.13 للعينات المحضرة من دون إضافة إلى 0.11 عند إضافة 0.5% من Na_2CO_3 ، وهي نتيجة جيدة وهذا مقارنة بنسبة الفقد في الكتلة لمادة HA المقطرة بـ 0.13 و المبينة في دراسة نونامي و تسيتسيمي [12]. و عليه بإضافة Na_2CO_3 نكون قد حققنا تحسن كبير في نسبة الفقد لكتلة العينات في المحلول الملحي الفيزيولوجي.

وما نخلص إليه في الأخير من خلال دراستنا لتأثير إضافة نسبة 0.5% من Na_2CO_3 في الخصائص الفيزيائية والكيميائية لمركب الديوبسايد هو الدور الكبير لهذه الإضافة في الرفع من نسبة التليبد عند درجة حرارة منخفضة نسبياً، حيث وصلت نسبة التليبد إلى 96,6% عند درجة الحرارة 1250°C ، كما كان لهذه الإضافة دور في تحقيق قيم صلادة مجهرية ومقاومة شد جد جيدة مقارنة مع الدراسة المرجعية وفي درجات حرارة أكبر، كما أدت هذه الإضافة إلى خفض نسبة الفقد في الكتلة بشكل كبير، الأمر الذي يمكننا مبدئياً من توقع تعايش مركب الديوبسايد داخل الجسم كمادة خزفية فعالة حيويًا.

3.III. تأثير الإضافة على الخصائص الحيوية لمادة الديوبسايد

كما علمنا في ما تقدم من دراسة بأن تشكيل طبقة الاباتيت على سطح الديوبسايد المحضر ضروري لاعتباره مادة حيوية وامتلاكه خاصية الالتصاق المباشر مع النسيج الحي، وعلى هذا الأساس يعد اختبار غمس الديوبسايد في سائل الجسم المقلد SBF أساسي لتأكيد مميزاته الحيوية. لذا قمنا بقياس تغير تركيز أيونات الكالسيوم والمغنزيوم والفسفور في سائل الجسم المقلد للعينات المحضرة عند درجة الحرارة 1250°C من دون إضافة وإضافة نسبة 0.5% من Na_2CO_3 . فبعدما قمنا بسحق هذه العينات وغرلة المساحيق الناتجة ومجانستها ($200\mu\leq$) ليتم غمسها في كميات محددة من السائل الحيوي SBF باعتبار نسبة SBF الى المسحوق 1.0ml لكل 1.0mg (1.0ml/mg) لفترات زمنية مختلفة تتراوح من 6 ساعات الى 21 يوم و هذا لمعرفة مدى تأثير الإضافة على الخصائص البيولوجية للديوبسايد، والنتائج المتحصل عليها مدونة في الجدول 2-III ومبينة في الشكل 4-III.

الجدول 2-III تغير تركيز ايونات الكالسيوم و المغنزيوم و الفوسفور في SBF بدلالة زمن الغمس لمسحوق عينات الديوبسايد من دون اضافة وإضافة 0.5% كربونات الصوديوم عند درجة الحرارة 1250°C

زمن الغمس (اليوم)	0	1/4	2	3	7	14	21
Ca^{+2}	100	103	80	65	65	65	65
%0	36	46	43	42	42	42	42
P	31	31	26	19	18	18	18
Ca^{+2}	100	102	112	81	73	70	69
%0.5	36	44	48	42	41	41	40
P	31	31	30	25	21	16	13

من خلال الملاحظة الأولية لنتائج تغير تركيز ايونات الكالسيوم والمغنزيوم والفسفور في سائل الجسم المقلد المبينة في الجدول أعلاه والممثلة في الشكل 4-III يمكننا أن نميز ثلاث مراحل أساسية وهذا بالنسبة للعينات من دون اضافة وكذا العينات المضاف لها نسبة 0.5% من Na_2CO_3 .

■ المرحلة الأولى

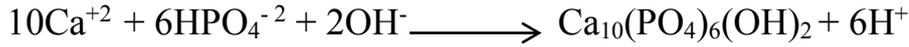
إمتدت المرحلة الأولى بالنسبة للعينات من دون اضافة إلى 6 ساعات من الغمس، والتي لاحظنا خلالها الارتفاع النسبي لتركيز أيونات الكالسيوم من 100 ppm قبل الغمس إلى 103 ppm بعد 6 ساعات من الغمس. أما بالنسبة للعينات ذات نسبة اضافة امتدت المرحلة الأولى الى يومين والتي سجلنا فيها ارتفاع شديد في تركيز أيونات الكالسيوم من 100 ppm قبل الغمس الى 112 ppm بعد يومين من الغمس. الأمر الذي يشير الى إطلاق الديوبسايد ايونات الكالسيوم وتبادل هذه الايونات مع H_3O^+ للسائل الحيوي أي حدوث انحلال جزئي للديوبسايد الذي نجده أطول بالنسبة للعينات ذات اضافة والمعادلة التالية توضح آلية الانحلال.



وما يؤكد أن هذه المرحلة هي مرحلة انحلال هو تسجيلنا أيضا ارتفاعا نسبيا في تركيز ايونات المغنزيوم من 36ppm الى 46ppm بعد 6 ساعات من الغمس بالنسبة للعينات من دون اضافة، ومن 36ppm الى 48ppm بعد يومين من الغمس بالنسبة للعينات المضاف لها Na_2CO_3 (الشكل 5-III). أما بالنسبة أيونات الفسفور فقد لاحظنا الاستقرار النسبي في تركيزها، حيث ثبت تركيزها عند 31 ppm قبل وبعد الغمس لمدة 6 ساعات بالنسبة للعينات من دون اضافة، كما لوحظ هذا الاستقرار عند نفس التركيز (31 ppm) بالنسبة للعينات ذات نسبة اضافة وهذا ما يثبت للمرة الثانية أنها آلية انحلال.

■ المرحلة الثانية

لاحظنا في هذه المرحلة الممتدة من 6 ساعات الى ثلاثة أيام من الغمس بالنسبة للعينات من دون اضافة تناقص تركيز ايونات الكالسيوم من 103 ppm بعد الغمس لمدة 6 ساعات الى 80 ppm بعد يومين من الغمس ليتواصل التناقص الى 3 أيام (65 ppm). أما العينات المضاف لها نسبة من Na_2CO_3 فان المرحلة الثانية بالنسبة لها إمتدت من يومين الى 14 يوما حيث سجلنا خلالها أيضا التناقص الحاد في تركيز ايونات الكالسيوم من 112ppm بعد يومين الى 81ppm بعد ثلاثة أيام ليصل الى 70ppm بعد 14 يوم من الغمس (الشكل 5-III). ما جعلنا نعتقد أنها بداية مرحلة جديدة بعد مرحلة الانحلال الأولي، كما لها الخصائص المميزة لمرحلة الترسيب و النمو أي انه بعد انحلال المادة تتشكل طبقة السلانول المشحونة سلبا على السطح المستنزف فتجذب هذه الطبقة ايونات الكالسيوم الموجبة وبالتالي يبدأ تنوي الاباتيت على سطح المادة والمعادلة التالية تبين آلية الترسيب.



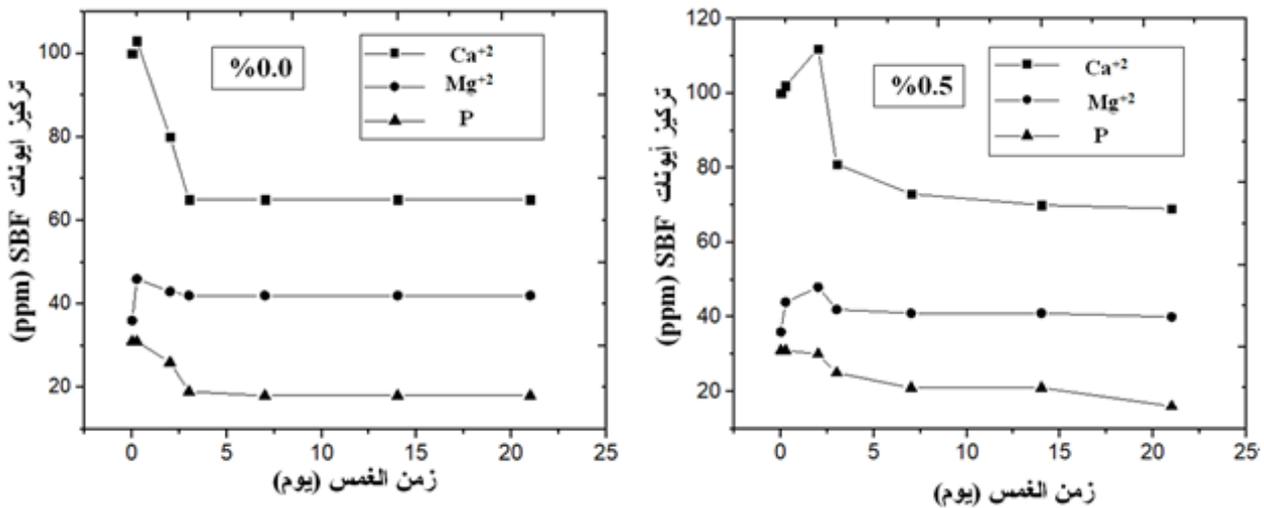
كذلك سجلنا خلال هذه المرحلة تناقص أيونات المغنزيوم من 46 ppm بعد الغمس لمدة 6 ساعات إلى 43 ppm بعد يومين من الغمس بالنسبة للعينات من دون اضافة، وكذا نقصانه من 48 ppm بعد يومين من الغمس إلى 41 ppm بعد 14 يوم بالنسبة للعينات ذات اضافة وهذا ما يؤكد أنها مرحلة ترسيب. لاحظنا أيضا انخفاض تركيز ايونات الفسفور من 31 ppm بعد 6 ساعات من الغمس إلى 19 ppm بعد 3 أيام للعينات من دون اضافة، ومن 30 ppm بعد يومين من الغمس إلى 21 ppm بعد 7 أيام من الغمس. هذه القيم التي وصل إليها تركيز أيونات كل من الكالسيوم والمغنزيوم والفسفور يتبين من خلالها أن كمية التراكيز الممتصة من طرف العينات بنسبة اضافة أعلى منها مقارنة مع تلك المقاسة بالنسبة للعينات من دون اضافة، وعلى سبيل المثال تم امتصاص حوالي 42 ppm من ايونات الكالسيوم للعينات ذات نسبة إضافة في حين كانت كمية الامتصاص 38 ppm فيما يتعلق بالعينات من دون اضافة.

■ المرحلة الثالثة

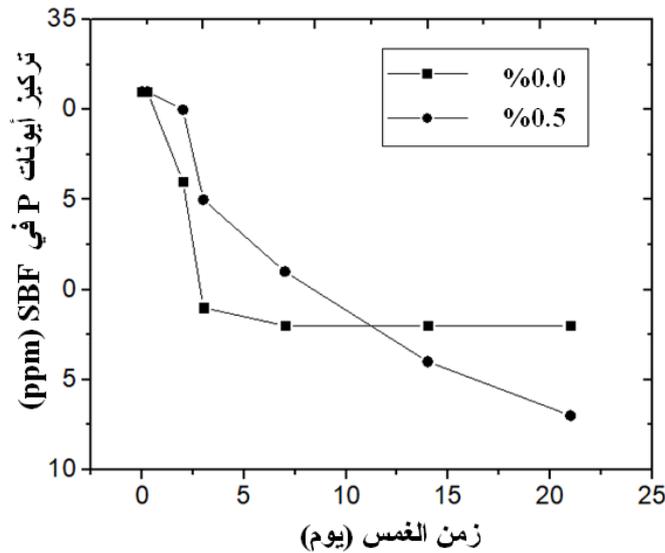
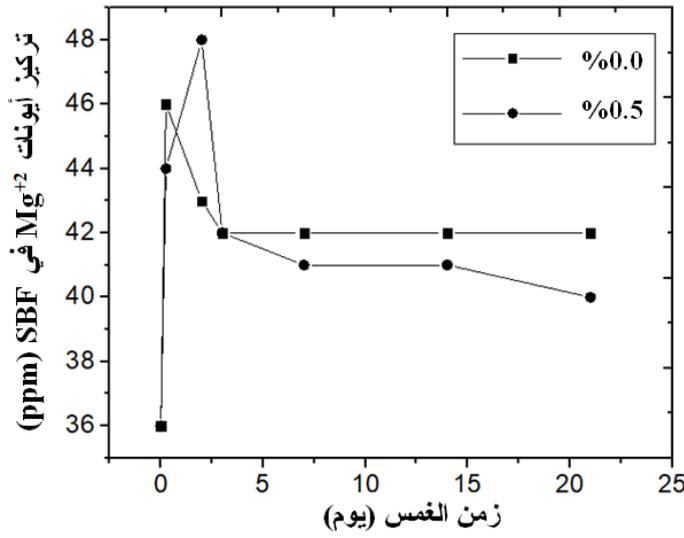
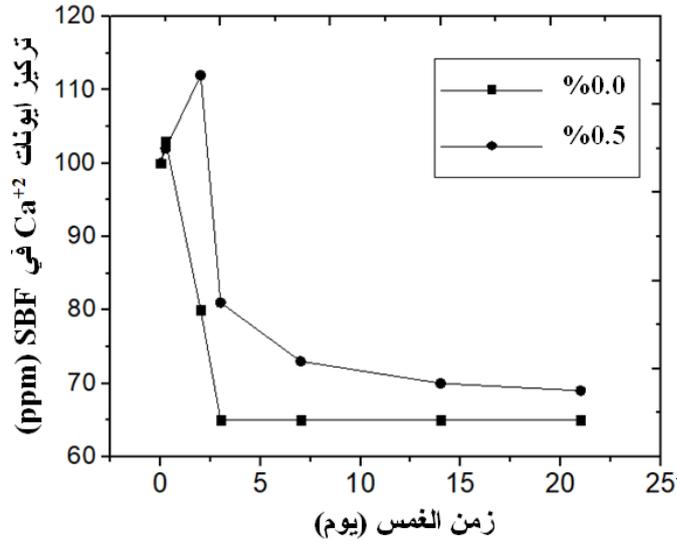
تمتد هذه المرحلة بالنسبة للعينات من دون اضافة من 3 أيام إلى 21 يوم، و يلاحظ فيها الثبات النسبي لتركيز مختلف الايونات فيما يخص العينات من دون اضافة، بينما تمتد المرحلة الثالثة بالنسبة للعينات ذات نسبة اضافة من 14 يوم إلى 21 يوم والتي يثبت فيها أيضا تركيز مختلف ايونات العينات (الشكل III-5). يعود هذا الثبات في تركيز ايونات الكالسيوم إلى اكتمال تشكل طبقة الاباتيت على سطح العينات.

إذن لاحظنا عدم وجود أي تغيير بالنسبة لمراحل التفاعل ديوبسيد – سائل الجسم المقلد للعينات من دون اضافة عنه للعينات ذات نسبة إضافة. ومنه توافقت هذه المراحل في ماعدا الاختلاف البسيط المتمثل في أنها كانت أطول بالنسبة للعينات ذات نسبة اضافة ونكاد نجزم بأن هذا الاختلاف راجع لتأثير هذه الإضافة على نسبة التلييد، فنسبة التلييد العالية تجعل العينات تتطلب مرحلة انحلال أطول وبالتالي جذب أكبر عدد من الايونات مما يؤخر عملية تشكيل طبقة الاباتيت وبالمقابل تكون عملية الترسيب أكثر فعالية.

ما نستخلصه من خلال الدراسة البيولوجية لمادة الديوبسايد خارج الجسم وتأثير نسبة الإضافة على النشاط الحيوي له هو توافقها التام مع ما تقدم شرحه من المراحل التي تمر بها المادة البديلة داخل جسم الكائن الحي حتى الالتصاق النهائي المبينة في الدراسة المرجعية. كما يمكن أن نستنتج أن مركب الديوبسايد يتميز بخصائص حيوية مهمة تسمح بإقحامه في مجال التطبيقات البيولوجية سواء كان من دون إضافة أو بإضافة 0.5% من كربونات الصوديوم.



الشكل III-4 تغير تركيز أيونات الكالسيوم والمغنزيوم والفسفور بدلالة زمن الغمس في سائل الجسم المقلد لمسحوق عينات ديوبسايد من دون إضافة و بإضافة 0.5% من كربونات الصوديوم والمعالجة عند درجة 1250°C



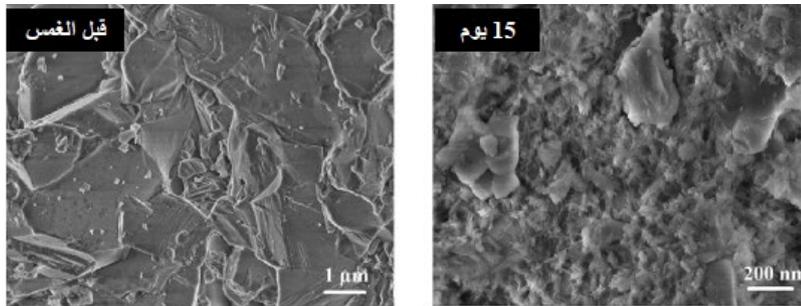
الشكل III-5 مقارنة تغير تركيز أيونات الكالسيوم والمغنيزيوم والفسفور بدلالة زمن الغمس في SBF لعينات الديوبسايد من دون إضافة وبإضافة 0.5% من Na₂CO₃ والمعالجة عند درجة 1250°C.

4.III. تحليل العينات المحضرة باستعمال الأجهزة

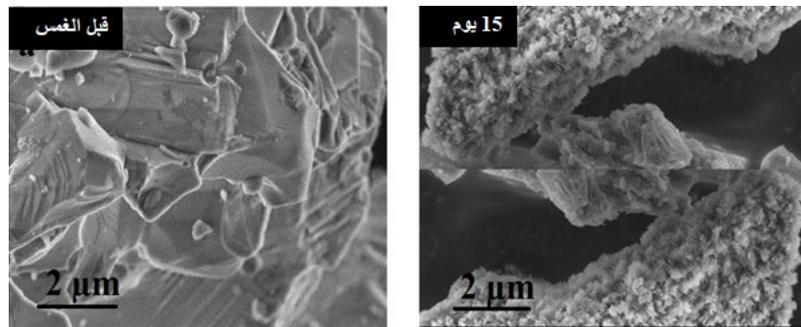
من أجل توضيح تشكل الاباتيت على سطح عينات الديوبسايد عند غمسها في سائل الجسم المقلد وكذا لتقديم تفسير أوضح للنتائج المتحصل عليها قمنا بتحليل للعينات سواء المحضرة دون اضافة أو بإضافة نسبة 0.5% من كربونات الصوديوم قبل وبعد الغمس بواسطة جهاز المجهر الإلكتروني الماسح SEM وذلك بهدف دراسة سطح الديوبسايد عن طريق التغير المورفولوجي للعينات، كما قمنا بتعريض العينات للتحليل بواسطة جهاز الأشعة السينية DRX وذلك بغية الملاحظة البينية الطورية للعينات.

1.4.III. التحليل باستعمال المجهر الإلكتروني الماسح

قمنا بتعريض المساحيق قبل الغمس والمغموسة لمدة 15 يوم في سائل الجسم المقلد للتحليل بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح، ومن خلال صور SEM المبينة في الشكل III-6 و الشكل III-7 يتضح أن العينات ذات خصائص ميكانيكية جيدة، وبالمقارنة بين سطح عينات الديوبسايد قبل وبعد 15 يوم من الغمس نلاحظ تشكل و ظهور طور جديد على سطح العينات من دون اضافة والعينات ذات نسبة اضافة ويتمثل هذا الطور في طبقة نانومترية كثيفة ومتراصة من الاباتيت.



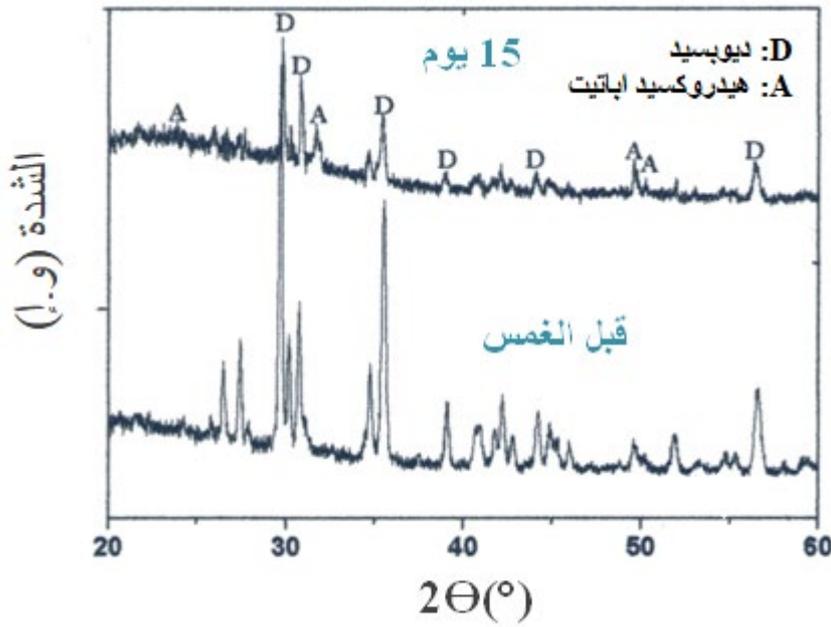
الشكل III-6 يمثل الشكل المورفولوجي لعينات الديوبسايد من دون اضافة قبل وبعد الغمس في سائل الجسم المقلد لمدة 15 يوم



الشكل III-7 يمثل الشكل المورفولوجي لعينات الديوبسايد ذات نسبة اضافة 0.5% من كربونات الصوديوم قبل وبعد الغمس في سائل الجسم المقلد لمدة 15 يوم

2.4.III. التحليل باستعمال الأشعة السينية

من خلال الشكل 8-III الممثل لأطياف الانعراج للعينات المضاف لها نسبة 0.5% من كربونات الصوديوم قبل وبعد الغمس في سائل الجسم المقلد لمدة 15 يوم نلاحظ بوضوح أن مختلف خطوط الانعراج المميزة لمركب الديوبسيد تكون أقل شدة بعد 15 يوم من الغمس على ما كانت عليه قبل الغمس كما نلاحظ اضمحلال خطوط الانعراج عند زوايا الانعراج 29.84° و 27.58° و 26.64° الأمر الذي يؤكد النتائج المتحصل عليها سابقا المتعلقة بتركيز الايونات في سائل الجسم المقلد المتمثلة في الانحلال الجزئي لمركب الديوبسيد. كما تميزت أطيايف الانعراج هذه بظهور الطور اللابلوري بعد 15 يوم من الغمس والذي يرجح ظهوره الى نمو طبقة لا بلورية من $\text{CaO-P}_2\text{O}_5$ نتيجة اندماج الكالسيوم والفوسفات على السطح الغني بطبقة السيلانول، كذلك نلاحظ ظهور خطوط انعراج مميزة للأباتيت عند زوايا الانعراج 32° و 25.9° و 49.54° و 53.25° وهو ما يؤكد تبلور الأباتيت على سطح الديوبسيد.



الشكل 8-III يمثل أطيايف الانعراج لمادة الديوبسايد بإضافة 0.5% من كربونات الصوديوم قبل وبعد الغمس في سائل الجسم المقلد لمدة 15 يوم

في الأخير نصل الى أن النتائج التي تم التحصل عليها سواء عن طريق قياس تركيز ايونات السائل الحيوي، أو عن طريق التحليل بواسطة أجهزة SEM و DRX تتوافق مع النتائج التي تحصل عليها الباحثان نونامي و تسيتسيمي [12] والباحث ناجار [34] والباحث نوريوكي و زملاءه [38،39]، وهذا في ما يخص عملية تشكل الأباتيت على سطح عينات الديوبسايد.

خلاصة عامة

خلاصة عامة

إن أهم ما يمكن أن نخلص إليه من خلال بحثنا هذا هو:

- توصلنا الى إمكانية تبلور عينات الديوبسايد عند درجة حرارة اقل من درجة الحرارة المرجعية (750°C)، كما سجلنا ارتفاع في نسبة التلبيد التي وصلت الى 96.9% بالنسبة للعينات المضاف لها نسبة 0.5% من كربونات الصوديوم في حين لم تتجاوز 86.2% فيما يخص العينات من دون اضافة وذلك عند نفس درجة الحرارة 1250°C .

- أما الخصائص الميكانيكية لمركب الديوبسايد المحضر فقد لاحظنا فيها أيضا تحسن كبير حيث سجلنا ارتفاع الصلادة المجهرية من 4.1GPa بالنسبة للعينات من دون اضافة عند درجة الحرارة 1250°C الى 5.7GPa عند نفس درجة الحرارة 1250°C بالنسبة للعينات ذات نسبة 0.5% من Na_2CO_3 ، كما تحصلنا على قيم جيدة لمقاومة الشد والتي وصلت الى 71MPa بالنسبة للعينات ذات نسبة 0.5% من Na_2CO_3 والملبدة عند 1250°C في حين لم تتجاوز 62MPa فيما يتعلق بالعينات من دون اضافة والملبدة عند درجة الحرارة 1250°C .

- كذلك تمكننا من خفض نسبة الفقد في الكتلة مع حمض اللبن للعينات المدروسة الى 0.20% بالنسبة للعينات المضاف لها Na_2CO_3 ، من 0.24% للعينات من دون اضافة والمحصرة عند نفس درجة الحرارة 1250°C ، كما تمكننا من خفض نسبة الفقد مع السائل الفيزيولوجي للعينات المدروسة الى 0.11% بالنسبة للعينات المضاف لها Na_2CO_3 من 0.13% للعينات من دون اضافة عند 1250°C .

- بعد اختبار الغمس في سائل الجسم المقاد تمكننا من التأكد من مميزات الديوبسايد الحيوية، كما تم التأكد من تشكل طبقة الاباتيت بعد التحليل بواسطة المجهر الالكتروني الماسح وجهاز الأشعة السينية وعليه نخلص الى أن الديوبسايد المحضر له قابلية ليكون مادة نشطة حيوية من دون اضافة وبإضافة نسبة 0.5% من Na_2CO_3 .

قائمة المراجع

المراجع

- [1] C. Janot et B. Ilschner, «Traite des matériaux », N° 19 : Matériaux émergents, Edition Presses Poly techniques et Universitaires Romandes, 2001.
- [2] W. D. Kingery, H. K. Bowen and D.D. Ruhlman, «Introduction to ceramics», and 2nd .Ed. John Wiley and sons, New York, p 560. **8**. 1976.
- [3] S. Zouai, Thèse doctorat en science, Université de Constantine, Algérie, 2013.
- [4] H. Ming, Z.S. Ren, Z.X. Hua, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, 2011, **22**, 389–393.
- [5] Y. Nayak, R.P. Rana, S.K. Pratihar, S. Bhattacharyya, *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, 2008, **19**, 2437–2444.
- [6] M. Zhang, C. Liu, J. Sun, X. Zhang, *Ceram. Int.*, 2011, **37**, 2025–2029.
- [7] S. Zouai, A. Harabi, N. Karboua, E. Harabi, S. Chehlatt, S.E. Barama S. Zaiou, F. Bouzerara, F. Guerfa, «A new and economic approach to synthesize and fabricate bioactive diopside ceramics using a modified domestic microwave oven. Part 2: effect of P2O5 additions on diopside bioactivity and mechanical properties», *Materials Science and Engineering C.*, (2016), **61**, 553–563
- [8] J. R. Davis , « Handbook of materials for medical devices », *the materials information society*, 2003, **3**.
- [9] N. Y. Iwata, G. Lee, Y. Tokuoka, N. Kawashima, « Sintering behaviour and apatiteformation of diopside prepared by co-precipitation process », *Colloids and Surfaces B :Biointerfaces.*, 2004, **34**, pp. 239-245.
- [10] D. Bernache – Assollant, « chimie- physique du frittage», Editions Hermes, Paris 1993.
- [11] E. Harabi, Thèse Magister, Université de Constantine, Algérie , 2009.
- [12] T. Nonami, S. Tsutsumani, *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, 1999, **10**, pp.475-479.

- [13] B. H. Robert, « Engineering Mineralogy of Ceramic Materials », proceeding of the international school earth and planetary sciences Siena, 2001.
- [14] I. Kansal, « Diopside-Fluor apatite-Wollastonite Based Bioactive Glasses and Glass-ceramics », 2015.
- [15] Paul A. and A. Youssefi, *J. mater. Sci.* 1978, **13**, pp 97.
- [16] A. F. Lemos, Theses: « Fabrication and Characterization of Modified Macro porous Bioceramics for Bone Regeneration », *Porto, Portugal*, 2008.
- [17] A. U. JIN YAP, « Engineering materials for biomedical applications », Edition: N.J. *Hackensack (World Scientific), Singapore*, 2004, chap.5.
- [18] W. Suchanek & M. Yoshimura, *J. Mater. Res. Soc.*, **13**, 1998, pp. 94-103.
- [19] M. Vallet-Regí & J. M. González-Calbet, « Calcium phosphates as substitution of bone tissues », *Progress in Solid State Chemistry*,. **32**, 2004, pp.131.
- [10] زراعة الأسنان / – <https://www.webteb.com/dental-health/treatment>
- [21] T. J. Berrt, J. W. Osborne, « Effect of zinc in two gamma-2 dental amalgam systems », *Dental Materials*, **1**, 1985 98-100.
- [22] A. Paul, A. Youssefi, *J. mater. Sci.*, **13**, 1978, 97.
- [23] C. Khadraoui, Thèse Magister, Université de Tizi ouzou, Algérie, 2016.
- [24] S. Somiya & Y. Hirata, *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**, 1991, p. 10.
- [25] Y. Jorand, Thèse d'état, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France, 1991.
- [26] G. Bernache, M. Soustelle, C. Monty, H. Pastor and J. M. Chaix. Ed, Hermès. Paris 1993:167-190.
- [27] C. Wu, Y. Ramamswamy, H. Zreiqat, « Porous diopside (CaMgSi₂O₆) scaffold: A promising bioactive material for bone tissue engineering », *Acta Biomaterialia*, **6**, 2010, pp. 2237-2245.
- [28] C. Wu & J. Chang, *J. Biomed. Mat. Res.*, **76**, 2006, pp. 73-80.

- [29] S. Xu, K. Lin, Z. Wang, J. Chang, L. Wang, J. Lu, « Reconstruction of calvarial defect of rabbits using porous calcium silicate bioactive ceramics », *Biomaterials*,. **29**, 2008, pp.2588-2596.
- [30] C. Wu & J. Chang, *J. Biomed. Mater. Res. B: Appl. Biomater.*, **83**, 2007, pp. 153-160.
- [31] V. E. Hamilton, *J. Geophys. Res.*, **105**, 2000, pp. 9701–9716.
- [32] J. Philibert, *Recueil de Communication, Deuxième Séminaire des Sciences des Matériaux*, Université de Constantine, 1985, pp. 2-16.
- [33] M. H. Battey, « *Mineralogy for student* », Edition: Oliver & Boyd, 1972, pp. 256-257 et 260.
- [34] R. Nagar, Thesis: « Preparation of Diopside by Novel Sol-Gel Method Using Rice Husk Ash as Silica Source », National Institute of Technology, Rourkela, 2011.
- [35] J. P. Nayak, S. Kumar, J. Bera, « Sol–gel synthesis of Bioglass-ceramics using rice husk ashes a source of silica and its characterization », *J. of Non-Crystal. Solids*, **356**, 2010, pp.1447-1451.
- [36] T Kokubo, *Biomaterials*, **12**, 1991, pp. 153-163.
- [37] Noriyuki Y. Iwata, Gen-Hyoung Lee, Yoshikazu Tokuoka, Norimichi Kawashima, « Preparation of Diopside with apatite forming ability by sol-gel process using metal alkoxide and metal salts ».
- [38] L. L. Hench, J. M. Polak, « Future Strategies for Tissue and Organ Replacement », 2002, pp. 6-8
- [39] M. M. Pereira, A. E. Clark, L. L. Hench, *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**, 1995, pp. 2463–2468.
- [40] Heinrich, « Minerals in hot water », *Am. Mine.*, **71**, 1986, pp. 655-673.
- [41] S. J. Burns, J. A. McKenzie, C. Vasconcelos, « Dolomite formation and biogeochemical cycles in the Phanerozoic », *Sedimentology*, **47**, 2000, pp. 49–61.
- [42] R. S. Boynton, « *Chemistry and Technology of Lime and limestone* », Edition: *John Wiley and Sons*, 1966, p. 5.

- [43] A. Harabi, S. Zouai, « Un procédé d'élaboration du diopside bioactive, à partir de la dolomite locale et de SiO₂, en utilisant des fours conventionnel et micro-ondes », Patent, 6 pages, INAPI, N° 110726, ALGERIA, 20 octobre 2011.
- [44] A. Guechi, Thèse de Doctorat en Science, Université de Constantine, Algérie 2011.
- [45] T. Kokubo, S. Ito, Z. T. Huang, T. Hayashi, S. Sakka, T. Kitsugi, T. Yamamuro, *J. Biomed. Mater. Res.*, **24**, 1990, p. 331.