

羟基磷灰石/氧化铁复合涂层的制备 及其诱导骨生长的生物活性

李龙珠 黄紫洋* 林妍 曹媚 林剑群

(福建师范大学化学与化工学院 福州 350007)

摘 要 用电泳沉积法制得羟基磷灰石/壳聚糖/氧化铁(HA/CS/Fe₂O₃)复合涂层,经700℃烧结处理得到HA/Fe₂O₃复合涂层。通过SEM、EDS、XRD、FT-IR、电化学和万能材料试验机等对复合涂层的表面形貌、物相组成、抗腐蚀性和结合强度进行了表征和测试,最后采用1.5SBF浸泡法对复合涂层的生物活性进行了评价。结果表明,当悬浮液中的HA、CS与Fe₂O₃质量比为100:100:1时,所制得的HA/Fe₂O₃复合涂层表面粗糙,抗腐蚀性强,具有良好的诱导骨生长生物活性,基体与复合涂层结合强度可达27.5 MPa。

关键词 羟基磷灰石/氧化铁复合涂层,电泳沉积,生物活性

中图分类号:O647.1; TQ174.1

文献标识码:A

文章编号:1000-0518(2013)10-1149-07

DOI:10.3724/SP.J.1095.2013.20559

目前已成功应用于临床的医用金属材料主要有金属钛及钛合金,在其表面上涂覆具有优良生物活性的羟基磷灰石(HA)或其它磷酸盐涂层是目前研究较为广泛的课题^[1]。研究表明^[2],HA涂层与人体体液接触后表面逐渐溶解,诱导形成一层类骨磷灰石,这一现象与人体骨组织功能相似。新骨可沿HA涂层表面生长,具有骨传导性;且HA涂层具有良好的桥接作用,当它与骨组织间的间隙为2 mm时仍然能够激发骨的生长^[3]。

成骨微量元素(osteogenic trace elements,OTE)是指骨矿物质的磷灰石晶体组成中除了Ca、P、O和H元素外的其它9种元素^[4],其中Zn、Si、Fe和Sr这4种微量元素所占的比例均在 3×10^{-5} 以上,因而模拟天然骨磷灰石的成分和结构,将骨矿物质中的微量元素以化合物形式加入到人工制备的HA复合涂层中,将可能比纯HA涂层更能提高HA生物陶瓷材料的生物活性和骨传导性^[5],由于纯HA涂层存在与基体结合强度低、脆性大和生物活性不高等缺点^[6],而加入Sr制成的锶磷灰石则具有良好的生物相容性^[7]。Fe₂O₃在制备微胶囊方面表现出良好的生物相容性^[8],在CaO-SiO₂-P₂O₅-MgO-Fe₂O₃体系中合成的磁性生物活性玻璃陶瓷也具有良好的生物活性^[9],但对于电泳沉积制得HA/Fe₂O₃复合涂层用于诱导骨生长方面的研究目前尚未见报道。

本文以纯钛片作为基体,在其表面电泳沉积过程中加入Fe₂O₃形成共沉积复合涂层HA/CS/Fe₂O₃,经后续烧结处理制得表面粗糙、孔洞分布均匀的HA/Fe₂O₃复合涂层。这种结构既有利于骨组织的长入,又不明显降低涂层与基体的结合强度。采用1.5SBF浸泡法评价了成骨微量元素化合物对复合涂层生物活性的影响。

1 实验部分

1.1 试剂和仪器

HA粉体(自制^[10]),粒径为1~100 nm;Fe₂O₃,分析纯,粒径<38 μm;壳聚糖,分析纯,脱乙酰度96%,粒径<38 μm;丙酮、氢氟酸、硝酸、三乙醇胺、正丁醇、盐酸等均为分析纯试剂,以上试剂均购自中国医药集团,水溶液均用二次蒸馏水配制。

FA2004 型电子天平(上海海康电子仪器厂);DDY-6B 型稳压稳流电泳仪(北京市六一仪器厂);Nicolet Aratar 360 型傅里叶红外光谱仪(美国 Nicolet 公司);JSM-7500F 型冷场发射扫描电子显微镜(日本 JEOL 公司);X-Perd MPD 型 X 射线粉末衍射仪(荷兰 Phillip 公司);LR5K PLUS 型万能材料试验机(英国 Lloyd 材料公司),按 ASTM F1044-87 标准进行测试;CHI 660C 型电化学工作站(上海辰华)。

1.2 HA/Fe₂O₃复合涂层的制备

1.2.1 电泳沉积制备 HA/CS/Fe₂O₃复合涂层 按文献[11]方法处理钛片,电泳沉积前,用聚四氟乙烯生料带缠绕包覆钛片,控制沉积面积为 10 mm × 10 mm。以三乙醇胺为添加剂,正丁醇为分散剂,将 0.3980 g HA 粉体、0.3980 g CS 微粒及 0.0040 g Fe₂O₃粉末加入盛有 40 mL 正丁醇的烧杯中,同时加入 0.5 mL 三乙醇胺,将该悬浮液在常温下超声分散 1 h,密封静置陈化 24 h 以上。

以经过预处理的纯钛片为负极,大面积铂片为正极,电泳沉积时电极间距 7.0 mm,电压 28 V,沉积时间 60 s,电泳沉积结束后取出,用正丁醇蘸洗 1 次,自然晾干,存放于干燥器中。

1.2.2 复合涂层的热处理 将电泳沉积制得的 HA/CS/Fe₂O₃复合涂层置于马福炉中通过程序升温进行烧结处理^[7]。自然冷却至室温后取出,保存于干燥器中待用。

1.2.3 HA/Fe₂O₃复合涂层的生物活性评价 1.5SBF 配制方法如文献[12]所述。将经 700 °C 烧结处理的 HA/Fe₂O₃复合涂层浸泡在盛有 50 mL 1.5SBF 的烧杯中,于电热恒温水浴锅中(控制水温(37 ± 0.1) °C)浸泡,每 2 d 更换 1 次 1.5SBF,浸泡至所需时间后取出试样,用二次蒸馏水清洗表面,自然晾干,置于干燥器中待用。

2 结果与讨论

2.1 复合涂层的 FT-IR 表征

复合涂层经 700 °C 烧结处理 2 h 前后的 FT-IR 谱图如图 1 所示。从图 1 可以看出,在烧结处理前复合涂层中,2925 及 2853 cm⁻¹处出现的吸收峰为亚甲基的 C—H 伸缩振动吸收峰,在 1260 cm⁻¹处出现仲醇的 O—H 伸缩振动吸收峰,在 1631 cm⁻¹处出现氨基的 N—H 弯曲振动吸收峰,这些吸收峰为壳聚糖的特征吸收峰^[11],表明在电泳沉积过程中壳聚糖也同时沉积到复合涂层中。经 700 °C 保温 2 h 烧结处理后(曲线 b),上述 3 处壳聚糖的特征吸收峰均已消失,壳聚糖的热分解温度为 260 ~ 350 °C^[10],说明涂层中的壳聚糖已在烧结过程中完全分解或燃烧。在 3571 和 604 cm⁻¹处分别出现 O—H 的伸缩振动和弯曲振动吸收峰,1096、1046、984 和 569 cm⁻¹分别为 PO₄³⁻的 ν₄、ν₅、ν₁和 ν₃振动吸收峰,可见复合涂层在烧结前后主要成份均包含羟基磷灰石^[13]。

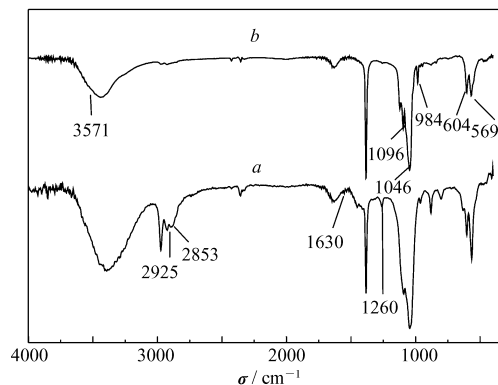


图1 复合涂层经 700 °C 烧结处理 2 h 前(a)、后(b)的 FT-IR 谱图

Fig.1 FT-IR spectra of composite coatings before(a) and after(b) sintering at 700 °C for 2 h

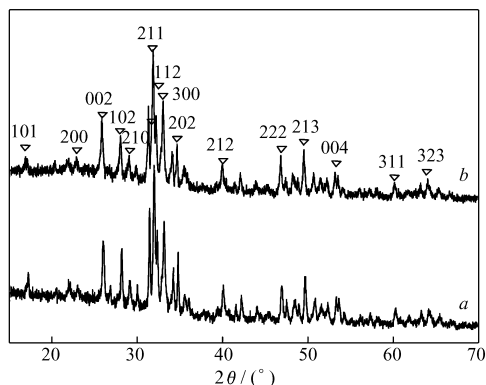


图2 复合涂层烧结前(a)、后(b)的 XRD 谱图

Fig.2 XRD patterns of composite coatings before(a) and after(b) sintering

2.2 复合涂层物相及化学组成分析

复合涂层在烧结前后的 XRD 谱图如图 2 所示。从图 2 可以看出,烧结前后复合涂层在 2θ 为

16.8°、25.9°、28.1°、28.9°、31.8°、32.2°、32.9°、34.1°、39.2°、46.7°、49.5°、53.2°、60.4°和 64.2°处均出现六方晶系 HA 的衍射峰,与标准卡片(JCPDS 09-0432)完全吻合,说明复合涂层中的 HA 的晶型在 700 °C 烧结处理 2 h 后未发生明显转变。

由 EDS 分析得到的烧结前后复合涂层表面各元素的含量如表 1 所示。从表 1 可以看到,复合涂层在烧结前后均出现 O、Ca、P、Ti 和 Fe 元素,其中 Ti 来自作为基体材料的纯钛片。复合涂层在烧结前存在 C、N 2 种元素,说明壳聚糖在电泳沉积过程中共沉积于涂层表面,而烧结后未测得 C、N 元素,说明烧结后壳聚糖已完全分解^[10]。Fe 元素的存在,说明电泳沉积过程中 Fe₂O₃也同时沉积至钛基体表面,形成了 HA/CS/Fe₂O₃复合涂层。这从复合涂层明显的浅红褐色也可得到说明。由表 1 可知,Fe 元素所占的质量分数 <1.00%,处于微量范畴。

表 1 烧结前后复合涂层表面各元素的百分含量
Table 1 Percentages of elements in the surface of composite coating before and after sintering

Elements	Before sintering		After sintering	
	w(Ele)/%	x(Ele)/%	w(Ele)/%	x(Ele)/%
O	46.12	63.43	55.89	74.70
P	14.84	10.50	14.79	10.21
Ca	23.53	12.89	23.72	12.66
Ti	10.56	4.84	4.62	2.06
C	3.85	7.03	—	—
N	0.75	1.17	—	—
Fe	0.35	0.14	0.98	0.37
Total	100.00	100.00	100.00	100.00

2.3 烧结处理后复合涂层的 SEM 表面形貌

经 700 °C 热处理 2 h 后电泳沉积制得的 HA/CS/Fe₂O₃复合涂层与 HA 涂层的表面 SEM 照片如图 3 所示。从图 3 可以看出,HA/CS 涂层经 700 °C 烧结处理后,涂层表面均匀致密。而当 HA/CS/Fe₂O₃悬浮液质量比为 100:100:1 时所制得的复合涂层,经烧结处理后获得的 HA/Fe₂O₃复合涂层表面粗糙且孔洞分布均匀(图 3B),这些孔洞的形成是经烧结后 CS 热分解或燃烧产生气体所致^[10]。但由于 HA 在烧结处理过程中存在收缩致密的特性,因此观察到的复合涂层表面孔洞的孔径远小于 CS 颗粒粒径。

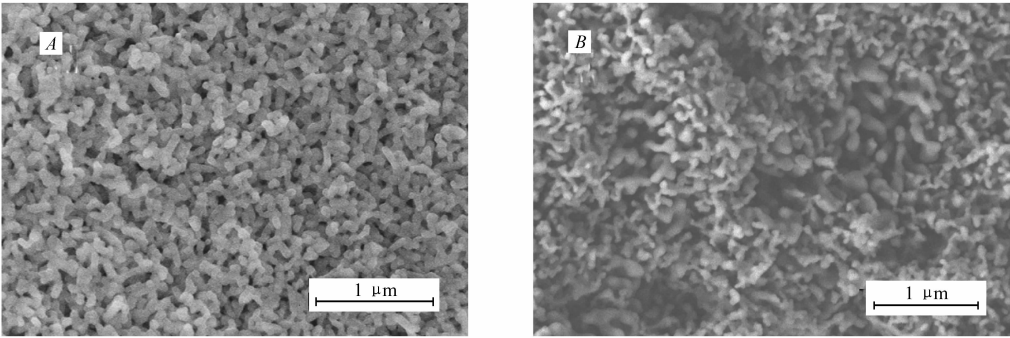


图 3 经 700 °C 烧结 2 h 后得到的 HA 涂层(A)与 HA /Fe₂O₃复合涂层(B)的 SEM 照片

Fig.3 SEM images of HA coating(A) and HA/Fe₂O₃ composite coating(B) obtained after sintering at 700 °C for 2 h

2.4 复合涂层在 SBF 中的耐腐蚀性能

图 4 为 HA 涂层和 HA/Fe₂O₃复合涂层在 1.5SBF 中的 Nyquist 谱图。从图 4 可看出,在测试频率范围(10⁻² ~ 10⁵ Hz)内,HA 复合涂层和 HA/Fe₂O₃复合涂层在 SBF 中均可采用 R₁(R₂C₁)[(R₃W)C₂]等效电路模拟,其 R₂的阻值分别为 1150 和 1387 Ω,说明掺入微量 Fe 元素的复合涂层的抗腐蚀性得到一定程度的提高,这可能是由于 Fe₂O₃是非导体,掺入到复合涂层中提高了复合涂层禁带电子能级,从而使复合涂层的阻值增大,耐腐蚀性增强。

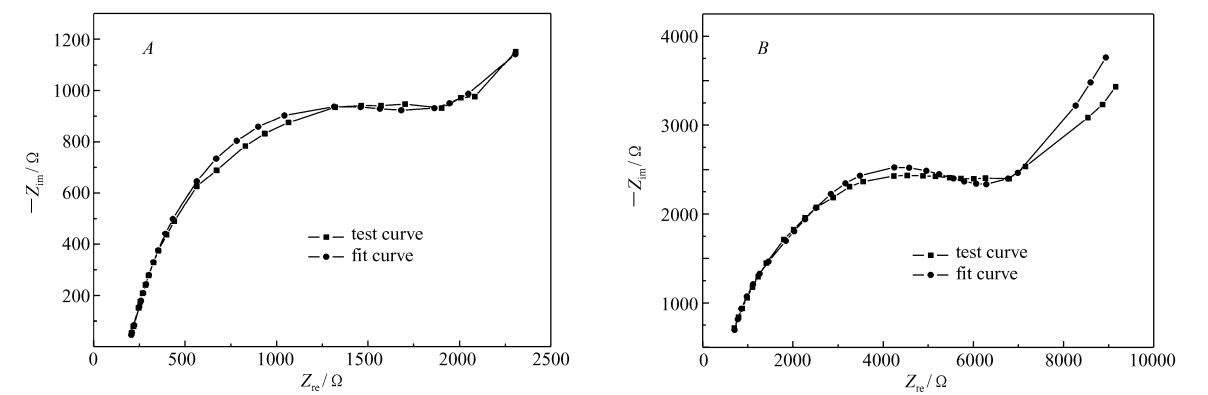


图 4 HA 涂层(A)和 HA/Fe₂O₃复合涂层(B)在 1.5SBF 中的 Nyquist 谱图

Fig. 4 The Nyquist plots of HA coating(A) and HA/Fe₂O₃ composite coating(B) in 1.5SBF

2.5 HA/Fe₂O₃复合涂层的结合强度

表 2 列出了添加不同质量分数 Fe₂O₃经 700 ℃烧结 2 h 后制得的复合涂层与基体钛片的结合强度。从表 2 可以看出,HA/CS/Fe₂O₃质量比为 50:50:1 的复合涂层的结合强度最大,达到 28.5 MPa。HA/Fe₂O₃复合涂层结合强度高于纯 HA 涂层的原因,可能是由于 HA 涂层烧结时的体积收缩及 HA 与基体钛热膨胀系数($\alpha_{Ti}=8.7\times10^{-6}\text{ K}^{-1}$; $\alpha_{HA}=13.6\times10^{-6}\text{ K}^{-1}$)的不匹配,导致热处理过程中涂层与基体界面处积累较大的残余应力,而加入 Fe₂O₃制得的复合涂层中虽然铁元素的含量小于 1%,但可使复合涂层中游离氧的含量降低,同时使磷酸盐涂层原有的层状结构向架状结构转变,从而使 HA 涂层的热膨胀系数降低,趋向于与钛的热膨胀系数匹配^[14]。

表 2 添加不同质量分数 Fe₂O₃对复合涂层与基体结合强度的影响

Table 2 Effect of Fe₂O₃ mass ratio on adhesion between the composite coating and substrate

$m(\text{HA}):m(\text{CS}):m(\text{Fe}_2\text{O}_3)$	Bonding strength σ/MPa	$m(\text{HA}):m(\text{CS}):m(\text{Fe}_2\text{O}_3)$	Bonding strength σ/MPa
1:1:0	19.5	50:50:1	28.5
10:10:1	22.1	100:100:1	27.5

2.6 HA/Fe₂O₃复合涂层生物活性评价

图 5 为采用 HA/CS/Fe₂O₃质量比为 100:100:1 制得的 HA/Fe₂O₃复合涂层于 1.5SBF 中浸泡 7 和 14 d 后的 SEM 照片。从图 5 可以看出,浸泡 7 d 后(A)HA/Fe₂O₃复合涂层表面形成球状颗粒,呈簇状重叠生长,有利于碳磷灰石(CHA)层的形成^[15]。浸泡 14 d 后(B)复合涂层表面呈现均匀的花瓣状的片状结构,完全被新生成的 CHA 层所覆盖。从以上 SEM 照片可以看出,羟基磷灰石在模拟体液中并非整体溶解,而是在逐渐溶解的同时诱导 CHA 层沉积,是 1 个分区域分层次进行的过程^[16]。

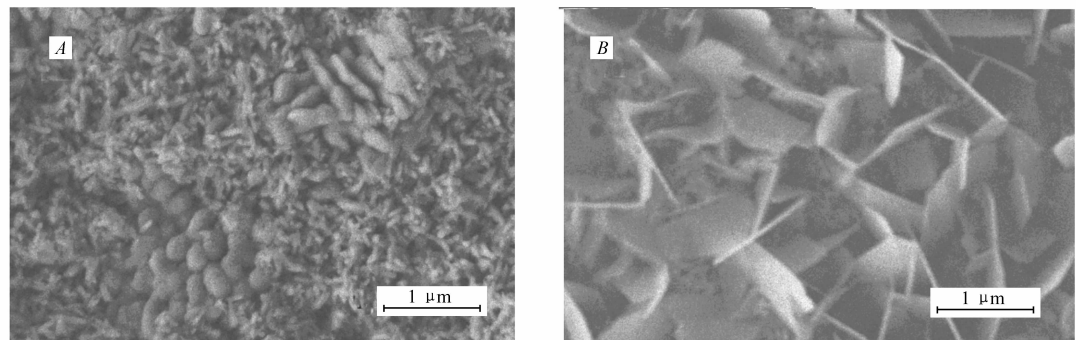


图 5 HA/Fe₂O₃复合涂层在 1.5SBF 中浸泡 7 d(A)和 14 d(B)的 SEM 照片

Fig. 5 Surface morphologies of HA/Fe₂O₃ composite coating after immersion in 1.5SBF for 7 d(A) and 14 d(B)

图 6 为烧结后复合涂层以及在 1.5SBF 中分别培养 7 和 14 d 的 FT-IR 谱图。从图 6 可以看出, 984 cm^{-1} 对应于 PO_4^{3-} 的 ν_1 振动吸收峰, 随着培养天数的增加而逐渐减弱, 1094 、 1044 和 984 cm^{-1} 处的吸收峰出现合并同时峰形变宽, 与此同时 OH^- 特征峰也随着培养天数的增加而弱化。由此可以推测, 体系中的 PO_4^{3-} 所处的结构环境发生较大程度的变化, 一般认为, 其可能的原因是在 SBF 浸泡过程中, PO_4^{3-} 和 OH^- 被 CO_3^{2-} 部分取代^[17], 但由于测试该红外谱图时, 直接将 CO_2 的吸收峰作为背景值扣除, 因此在该谱图中无明显的 CO_3^{2-} 吸收峰。

表 3 中列出了经烧结处理后在 1.5SBF 中培养 14 d 的 HA/ Fe_2O_3 复合涂层的 EDS 微区元素分析数据。与表 1 相比新增了碳元素。从 CHA 的形成机制可以说明浸泡后覆盖在 HA/ Fe_2O_3 复合涂层表面上新物质 CHA 生成, 因为 HA/ Fe_2O_3 复合涂层容易诱导 Ca^{2+} 、 PO_4^{3-} 和 OH^- 不断与 SBF 发生离子交换形成 CHA, 而 CHA 能选择性吸附血清中某些功能蛋白^[18], 促使骨细胞增殖、分化, 从而使新生骨组织直接在复合涂层表面形成^[19]。由于 EDS 测试的是涂层表面各元素组成, 因此在 HA/ Fe_2O_3 复合涂层表面形成 CHA 层覆盖后, 涂层中铁元素的含量明显降低。涂层表面的碳磷灰石化的程度常被用于评价涂层的生物活性^[20], 据此推测该 HA/ Fe_2O_3 复合涂层具有良好的诱导骨生长的生物活性。

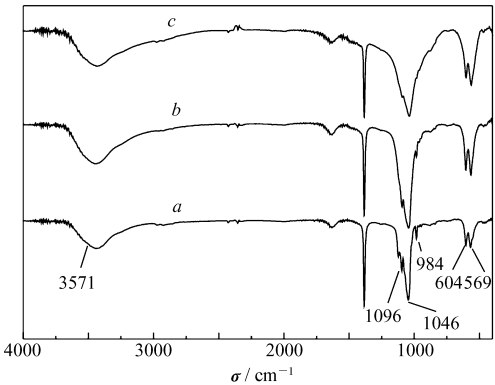


图 6 不同阶段处理所得的复合涂层的 FT-IR 谱图
Fig. 6 FT-IR spectra of composite coatings obtained from different processing
a. after sintering; b. after immersion in 1.5SBF for 7 days;
c. after immersion in 1.5SBF for 14 days

表 3 经 1.5SBF 培养 14 d 后 HA/ Fe_2O_3 复合涂层表面各元素的百分含量
Table 3 Percentage of elements in the surface of HA/ Fe_2O_3 composite coating
after immersion in 1.5SBF for 14 days

Elements	$w(\text{Ele})/\%$	$x(\text{Ele})/\%$
O	45.24	59.90
P	18.09	12.37
Ca	29.71	15.70
C	6.78	11.96
Fe	0.18	0.07
Total	100.00	100.00

3 结 论

HA/CS/ Fe_2O_3 质量比为 100:100:1 的悬浮液电泳沉积制备的 HA/CS/ Fe_2O_3 复合涂层, 经 $700\text{ }^\circ\text{C}$ 烧结 2 h 制得的 HA/ Fe_2O_3 复合涂层表面粗糙, 与基体结合强度 (27.5 MPa) 较纯 HA 涂层有很大程度的提高。电化学测试结果表明, 与 HA 涂层相比, HA/ Fe_2O_3 复合涂层在 1.5SBF 中耐腐蚀性有显著增强, 作为成骨替代材料植入人体后可延长使用周期。生物活性评价结果表明, 添加 Fe_2O_3 后复合涂层呈现良好的诱导骨生长的生物活性, 因此该 HA/ Fe_2O_3 复合涂层有望通过相关的生物相容性和安全性研究后, 开发成为新一代骨替代植入生物陶瓷材料。

参 考 文 献

[1] WANG Wenjing, HUANG Jianfeng, LI Yinghua, *et al.* Theoretical Research and Progress of Basal Body and Bio-coatings in Biomaterial Filed[J]. *J Clin Rehab Tissue Eng Res*, 2010, **14**(3):30-33 (in Chinese).
王文静, 黄剑锋, 李颖华, 等. 生物材料中基体及涂层材料的研究与进展[J]. 中国组织工程研究与临床康复, 2010, **14**(3):30-33.

- [2] He X, Huang X, Lu Q, *et al.* Nanoscale Control of Silks for Regular Hydroxyapatite Formation[J]. *Prog Nat Sci: Mater Int*, 2012, **22**(2):115-119.
- [3] Li D, Wang W, Guo R, *et al.* Restoration of Rat Calvarial Defects by Poly(lactide-co-glycolide)/hydroxyapatite Scaffolds Loaded with Bone Mesenchymal Stem Cells and DNA Complexes[J]. *Chinese Sci Bull*, 2012, **57**(5):435-444.
- [4] SUN Baoguo, CHEN Fengbao, ZHAI Fuying, *et al.* Determination of the Contents of Traceelements in Human Bones[J]. *Henan Med Res*, 1997, **6**(2):100-101 (in Chinese).
孙保国, 陈凤苞, 翟福英, 等. 人体骨骼中微量元素的测定[J]. 河南医学研究, 1997, **6**(2):100-101.
- [5] Wu T, Nan K, Chen J, *et al.* A New Bone Repair Scaffold Combined with Chitosan/hydroxyapatite and Sustained Releasing Icarin[J]. *Chinese Sci Bull*, 2009, **54**:2953-2961.
- [6] YU Rong, FENG Bo, WANG Jianxin, *et al.* Protein-hydroxyapatite Composite Coatings on TiO₂ Nanotube Layers and Bond Strength to Substrate[J]. *Chinese J Inorg Mater*, 2011, **26**(9):987-992 (in Chinese).
于榕, 冯波, 汪建新, 等. TiO₂ 纳米管表面蛋白质-羟基磷灰石复合涂层及其结合强度[J]. 无机材料学报, 2011, **26**(9):987-992.
- [7] LI Zhihong, WU Jimin, HUANG Shujie, *et al.* Preparation and Property of Strontium-substituted Hydroxyapatite[J]. *Chinese J Inorg Mater*, 2011, **26**(1):49-54 (in Chinese).
李志宏, 武继民, 黄姝杰, 等. 掺锶羟基磷灰石的制备与性能研究[J]. 无机材料学报, 2011, **26**(1):49-54.
- [8] Wei Z J, Wang C Y, Zou S W, *et al.* Fe₂O₃ Nanoparticles as Particulate Emulsifier: Preparation of Magnetic and Biocompatible PLGA Microcapsules[J]. *Colloids Surf A: Physicochem Eng Aspects*, 2011, **392**(1):116-123.
- [9] Li G D, Feng S Y, Zhou D L. Magnetic Bioactive Glass Ceramic in the System CaO-SiO₂-P₂O₅-MgO-Fe₂O₃ for Hyperthermia Treatment of Bone Tumor[J]. *J Mater Sci: Mater Med*, 2011, **22**(10):2197-2206.
- [10] LIU Rongfang, XIAO Xiufeng, NI Jun, *et al.* Study on Kinetics of Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite Powders[J]. *Chinese J Inorg Chem*, 2003, **19**(10):1079-1084 (in Chinese).
刘榕芳, 肖秀峰, 倪军, 等. 羟基磷灰石粉末的水热合成及动力学研究[J]. 无机化学学报, 2003, **19**(10):1079-1084.
- [11] ZHANG Lan, HUANG Ziyang. Fabrication and Bioactivity of Porous Hydroxyapatite Coating by Electrophoretic Deposition Using Different Porogens[J]. *Chinese J Appl Chem*, 2012, **29**(1):46-50 (in Chinese).
张岚, 黄紫洋. 造孔剂对电沉积制备多孔 HA 涂层及其生物活性的影响[J]. 应用化学, 2012, **29**(1):46-50.
- [12] HUANG Ziyang, ZHANG Lan, LIANG Guangchao. Study on Fabrication and Properties of Porous HA/SiO₂ Composite Coating on Titanium Substrate[J]. *Acta Chim Sin*, 2012, **70**(3):235-240 (in Chinese).
黄紫洋, 张岚, 梁广超. 钛基多孔 HA/SiO₂ 复合涂层的制备及其性能研究[J]. 化学学报, 2012, **70**(3):235-240.
- [13] XIAO Xiufeng, LIU Rongfang, ZHANG Xiaoqin, *et al.* Study on Hydrothermal Synthesis of Nanosized Hydroxyapatite Powders[J]. *Inorg Chem Ind*, 2004, **36**(3):16-18 (in Chinese).
肖秀峰, 刘榕芳, 张晓勤, 等. 水热合成纳米羟基磷灰石粉体的研究[J]. 无机盐工业, 2004, **36**(3):16-18.
- [14] LI Shengchun, CHEN Pei, LI Yaogang. Influence of Fe₂O₃-dop on Thermal Property of ZnO-B₂O₃-P₂O₅-R_nO_m Glass System [J]. *New Chem Mater*, 2011, **39**(7):114-116, 133 (in Chinese).
李胜春, 陈培, 李耀刚. Fe₂O₃ 掺杂对 ZnO-B₂O₃-P₂O₅-R_nO_m 玻璃热力学性能的影响[J]. 化工新型材料, 2011, **39**(7):114-116, 133.
- [15] HUANG Yong, CAO Yu, HE Congjun, *et al.* The Present Situation of Hydroxyapatite/ZrO₂ Bioactive Composite Coating [J]. *Life Sci Instrum*, 2010, **8**:30-33 (in Chinese).
黄勇, 曹郁, 和从军, 等. 羟基磷灰石/氧化锆生物活性复合涂层的研究[J]. 生命科学仪器, 2010, **8**:30-33.
- [16] LI Zhouxin, WU Yongzhi, HE Dingyong, *et al.* Micro-plasma Sprayed Zirconia Reinforced Hydroxyapatite Composite Coatings[J]. *Trans China Weld Inst*, 2008, **29**(6):1-4 (in Chinese).
栗卓新, 吴永智, 贺定勇, 等. 微束等离子喷涂氧化锆增韧羟基磷灰石复合涂层[J]. 焊接学报, 2008, **29**(6):1-4.
- [17] Ni S Y, Chang J, Chou L. A Novel Bioactive Porous CaSiO₃ Scaffold for Bone Tissue Engineering[J]. *Biomed Mater Res A*, 2006, **76**(1):196-205.
- [18] Na Y, Chen S, Ouyang Y, *et al.* Biomimetic Mineralization Synthesis of Hydroxyapatite Bacterial Cellulose Nanocomposites [J]. *Prog Nat Sci: Mater Int*, 2011, **21**:472-477.
- [19] Li P, Kanagasnie I, Degroot K, *et al.* Bone Like Hydroxyapatite Induction by a Gel-derived Titania on a Titanium Substrate [J]. *J Am Ceram Soc*, 1994, **77**(5):1307-1312.
- [20] Kokubo T, Kim H M, Kawashita M, *et al.* Bioactive Metals: Preparation and Properties[J]. *J Mater Sci: Mater Med*, 2004, **15**(2):99-107.

Preparation and Bioactivity for Inducing Bone Growth of Hydroxyapatite/ Fe_2O_3 Composite Coating

LI Longzhu, HUANG Ziyang*, LIN Yan, CAO Mei, LIN Jianqun

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Fujian Normal University, Fuzhou 350007, China)

Abstract Electrophoretic deposition (EPD) has been exploited for the preparation of hydroxyapatite/chitosan/ferric oxide ($\text{HA}/\text{CS}/\text{Fe}_2\text{O}_3$) composite coating, which was then sintered at 700 °C for 2 h to yield $\text{HA}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ composite coating. The surface morphology, phase composition, corrosion resistance and adhesion between the composite coating and substrate were characterized by SEM, EDS and XRD, FT-IR, electrochemical instrument and Lloyd LR5K Plus Testing Instrument, respectively. The bioactivity for inducing bone growth of the $\text{HA}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ composite coating was evaluated in 1.5 times of ionic concentration of simulated body fluid (1.5SBF). When the mass ratio of $\text{HA}:\text{CS}:\text{Fe}_2\text{O}_3$ in the suspension was 100:100:1, the resultant $\text{HA}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ composite coating had rough surface and strong adhesion up to 27.5 MPa with substrate and showed high corrosion resistance in 1.5SBF and excellent bioactivity for inducing bone growth in 1.5SBF.

Keywords hydroxyapatite/ Fe_2O_3 composite coating, electrophoretic deposition, bioactivity

《应用化学》2014 年征订启事

《应用化学》创刊于 1983 年,是经国家科委批准向国内、国外公开发行的学术性期刊。由中国科学院主管,中国化学会和中国科学院长春应用化学研究所主办,科学出版社出版。为中国科技核心期刊。

《应用化学》设有综合评述、研究论文、研究简报、研究快报栏目。出版周期短,报道新成果快。

《应用化学》期刊被 14 家国内外重要检索机构、文摘收录。

《应用化学》面向科研单位、大专院校和化学化工领域的科研技术人员。

本刊承揽各类化学、化工材料、分析测试仪器及各类化学产品介绍和相关领域科技信息等广告业务。

《应用化学》投稿全部采用网上投稿方式(<http://yyhx.ciac.jl.cn> 点击“网上投稿”或“投稿注册”,按照提示步骤操作)。

- 中国科学院主管,中国化学会和中国科学院长春应用化学研究所主办。
- 多次获国家、省、部级奖励,发行量大,广告宣传效果好。
- 国内外公开发行,月刊,每月 10 日出版。
- 国内统一刊号 CN 22-1128/O6; 国际标准刊号 ISSN 1000-0518。
- 全国各地邮局订阅,国内邮发代号 8-184; 每册定价 30.00 元,全年定价 360 元
- 广告经营许可证号:吉工商广字 206 号
- 中国国际图书贸易总公司办理国外订阅(国外发行代号 BM809)
- 如未能在邮局订阅,可与编辑部联系订阅。

《应用化学》编辑部地址:吉林省长春市人民大街 5625 号 邮编:130022

电话:0431-85262016,85262330 传真:0431-85685653

E-mail: yyhx@ciac.ac.cn

网址: <http://yyhx.ciac.jl.cn>