

文章编号:1674-2869(2009)07-0073-03

模板诱导/均相沉淀法制备碳羟磷灰石晶须

孙念¹, 黄志良^{1*}; 池汝安²

(1. 武汉工程大学材料科学与工程学院, 湖北 武汉 430074;

2. 武汉工程大学化工与制药学院, 湖北 武汉 430074)

摘要:为了在温度、压力要求都比较低的情况下获得 CHAp 晶须, 以磷酸二氢铵和硝酸钙为原料, 配制均相混合溶液, 再采用山梨醇作为模板剂最后制得 CHAp 晶须, 并通过 XRD、FT-IR、SEM 对产物进行了表征分析。结果表明, 在 95 ℃ 反应 10 h 得到端面直径 1.25 μm、长 12.5 μm 的 CHAp 晶须。

关键词:碳羟磷灰石; 均相沉淀法; 晶须

中图分类号:Q611.4; Q653 **文献标识码:**A

0 引言

碳羟磷灰石(以下简称 CHAp)是人体骨骼和牙齿的主要无机成分。人工合成的碳羟磷灰石具有良好的生物相容性, 生物活性和骨传导性; 是一种优良的硬组织替代材料。CHAp 与其它生物材料之间的显著差异是它具有与人体骨组织相似的无机成分, 其研究和发展已引起了人们的大量关注, 尤其是关于它的制备与合成^[1]。CHAp 比纯羟磷灰石(HAP)有更大的吸附毒性阳离子的能力; 人工骨陶瓷及其它生物植入材料 HAP 中的 CO₃²⁻ 掺量大小影响其生物活性^[2]。

已报道的有关 HAp 晶须制备的工作, 大多注重研究在碱性条件下产物的组成和反应条件对产物的影响。但在碱性条件下得到的 HA 结晶度不高, 产物纯度也不高而且比表面较小。2002 年, Ioku K 等用醋酸钙和磷酸的混合酸性溶液在水热条件下得到比表面在 20~60 的 HA 纤维; Zhang H Q 等用沉淀水解法在弱酸性溶液中制备出较长且长径比较大的 HA 晶须。CHAp 制备主要采取固相反应法、水热合成法, 溶胶-凝胶、均相沉淀等方法^[3]。然而固相反应法对温度要求较高, 能耗较大, 成本较高; 溶胶-凝胶法制备的 HAP 晶须结晶度差, 力学性能差, 热稳定性差; 水热法对温度、压力也有较高的要求^[4-7]。为了在温度、压力要求都比较低的情况下获得 CHAp 晶须, 本实验采用均相沉淀法, 以磷酸二氢铵和硝酸钙为原料, 配制

均相混合溶液, 再采用山梨醇作为模板剂最后制得 CHAp 晶须。

1 实验方法

1.1 实验原料

四水硝酸钙, 磷酸二氢铵, 尿素, 山梨醇, 浓硝酸, 以上试剂均为分析纯试剂, 如表 1 所示。

表 1 原料

Table 1 Raw material

原料名称	纯度	生产厂家
四水硝酸钙	A. R	北京市红星化工厂
磷酸氢二铵	A. R	上海国药集团化学试剂有限公司
尿素	A. R	上海国药集团化学试剂有限公司
山梨醇	A. R	中国医药集团上海化学试剂公司
浓硝酸	65%~68%	开封东大化工有限公司试剂厂

1.2 实验仪器

采用 XD-5A 型粉晶 X 射线衍射仪(XRD, 日本岛津公司生产)和 Impact 420 型傅立叶红外光谱仪(FT-IR, 美国尼高力公司生产)测试样品的物相组成。X 衍射仪测试条件: 铜靶(Cu K_α 射线, λ=0.154 056 nm), 加速电压为 30 kV, 管电流为 20 mA, 扫描速度为 4(°)/min, 扫描步长为 0.01 degree; 红外光谱仪测试条件: 溴化钾压片。

采用 JSM-5510LV 型扫描电子显微镜(SEM, 日本电子公司生产)测试产物形貌, 测试时, 加速电压为 30 kV。

1.3 实验方法

制备 CHAp 的技术路线图见图 1。

取相同质量浓度的磷酸二氢铵和硝酸钙按体

收稿日期: 2008-10-22

基金项目: 国家自然科学基金项目(50874081); 国家自然科学基金重点基金项目(50834006)

作者简介: 孙念(1987-), 男, 湖北荆州人, 硕士研究生, 研究方向: 功能材料。

指导老师: 黄志良, 博士, 教授, 硕士生导师, 研究方向: 功能材料。* 通信联系人

须长度约为 $12.5\ \mu\text{m}$,直径约为 $1.25\ \mu\text{m}$,长径比约为 10:1.

参考文献:

- [1] 伍水生,代威力,吴振军,等.羟基磷灰石的制备及其催化应用[J].分子催化,2007,21(增刊):595-596.
- [2] 蔡克勤.碳羟基磷灰石晶须的两步控温模板诱导法制备与表征[J].陶瓷,2007,(6):30-41.
- [3] 汪晓霞,张海黔.羟基磷灰石晶须的水热法合成及表征[J].南京航空航天大学学报,2005,37(5):611-615.
- [4] 何前军,黄志良,张联盟,等.羟基磷灰石晶须的控制合成与机理探讨[J].武汉化工学院学报,2005,27(5):36-38.
- [5] 程晓焜,黄志良.天然胶磷矿制备孔形 CHAp 及其表征[J].武汉工程大学学报,2008,30(2):70-72.
- [6] 黄志良,王大伟,刘羽,等.不同类型的 CO_3^{2-} 替换羟基磷灰石固溶体晶体化学 FT-IR 研究[J].无机化学学报,2002,(5):469-474.
- [7] 高燕娇,刘榕芳,肖秀峰.碳羟基磷灰石的制备和性能研究[J].材料导报,2005,8(19):28-32.

Synthesis of carbon hydroxyapatite whiskers prepared by the method of comogeneous precipitation and cemplate-induced

SUN Nian¹, HUANG Zhi-liang¹, CHI Ru-an²

(1. School Materials Science and Engineering, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074, China;

2. School of Chemical Engineering and Pharmacy, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074, China)

Abstract: In order to get the CHAp in the conditions of low temperature and low pressure, whiskers ammonium phosphate and calcium nitrate were used as raw materials to prepare the homogeneous mixture, and the sorbitol was used as a template, finally the CHAp whiskers were characterized through XRD, FT-IR, SEM products. The results showed that we could get the CHAp whiskers with $1.25\ \mu\text{m}$ end-diameter and $12.5\ \mu\text{m}$ length form the reation system in $95\ ^\circ\text{C}$ for 10 hours.

Key words: carbonate cydroxyapatite; chisker; comogeneous precipitation

本文编辑:萧 宁



(上接第 72 页)

Preparation and gas sensitivity of materials based on nano-titanium dioxide

ZHANG Hong, LIN Zhi-dong, XU Tao

(Province Key Laboratory of Plasma Chemistry & Advanced Materials, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074, China)

Abstract: The nano-titanium dioxide powder was prepared by the sol-gel and composed with the nano-tin dioxide powder prepared by the sluggish precipitation. Three types of gas sensitive materials, which were $\text{TiO}_2\text{-Ag}^+$, $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2\text{-Ag}^+$ ($\text{Ti/Sn}=2:1$) and $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2\text{-Ag}^+$ ($\text{Ti/Sn}=3:1$), were prepared with doping the silver nitrate. The gas-sensing properties of the gas sensors to ethanol, methanol and formaldehyde were tested by the Static Gas Distribution Act. The results show that the gas performance of $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2$ composites doped by appropriate Ag^+ improve obviously, and the composite of chemical molar ratio 2 is more sensitive than the composite of chemical molar ratio 3.

Key words: TiO_2 ; SnO_2 ; nano-composite; gas sensitivity

本文编辑:萧 宁