

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

ĐÀO THỊ THANH TÂM

**PHÂN TÍCH XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN VÀ CÁC ĐẶC TRƯNG
CỦA COMPOSITE CANXI HYDROXYAPATITE
VỚI ALGINATE**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Thái Nguyên-2018

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

ĐÀO THỊ THANH TÂM

**PHÂN TÍCH XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN VÀ CÁC ĐẶC TRƯNG
CỦA COMPOSITE CANXI HYDROXYAPATITE
VỚI ALGINATE**

Chuyên ngành: Hóa phân tích

Mã số: 8440118

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC

PGS.TS. Phan Thị Ngọc Bích

Thái Nguyên-2018

Lời cam đoan

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi. Các số liệu, kết quả nêu trong luận văn là trung thực. Những kết luận của luận văn chưa từng được ai công bố trong bất kỳ công trình nào khác.

TÁC GIẢ LUẬN VĂN**ĐÀO THỊ THANH TÂM**

LỜI CẢM ƠN

Em xin chân thành cảm ơn PGS.TS Phan Thị Ngọc Bích đã hướng dẫn em tận tình, chu đáo trong suốt quá trình làm luận văn, giúp em hoàn thành luận văn này.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy cô trong tổ bộ môn Hoá Phân Tích, Ban chủ nhiệm khoa Hoá học, trường Đại học Khoa học Thái Nguyên đã giúp em hoàn thành luận văn này.

Tôi cũng xin chân thành cảm ơn tới ban lãnh đạo viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam, đặc biệt là phòng Hóa vô cơ đã tạo điều kiện cho tôi về mặt thời gian cũng như cơ sở vật chất để tôi hoàn thiện đề tài này.

Tôi xin chân thành cảm ơn tới bạn bè, đồng nghiệp, gia đình đã quan tâm, giúp đỡ và động viên tôi trong suốt quá trình thực hiện luận văn.

Tôi xin chân thành cảm ơn!

Thái Nguyên, ngày tháng năm 2018

Học viên

Đào Thị Thanh Tâm

MỤC LỤC

CHƯƠNG 1. TỔNG QUAN	1
1.1. Canxi hydroxyapatite.....	2
1.1.1. Đặc điểm, tính chất.....	2
1.1.2. Ứng dụng	4
1.1.3. Các phương pháp tổng hợp.....	7
1.2. Alginate.....	9
1.2.1. Đặc điểm, tính chất.....	9
1.2.2. Ứng dụng của alginate	12
1.3. Composite canxi hydroxyapatite với alginate	14
1.3.1. Đặc điểm, tính chất và ứng dụng	15
1.3.2. Kỹ thuật và phương pháp chế tạo	16
1.3.3. Ứng dụng của composite HA/polyme	17
1.4. Tình hình nghiên cứu về HA và composite HA/ Alginate ở nước ta	19
1.5. Các phương pháp phân tích xác định cấu trúc, thành phần và các đặc trưng của vật liệu.....	20
1.5.1. Phương pháp nhiễu xạ tia X.....	20
1.5.2. Phương pháp phổ hồng ngoại	21
1.5.3. Phương pháp hiển vi điện tử quét.....	21
1.5.4. Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua.....	21
1.5.5. Phương pháp phân tích nhiệt.....	22
1.5.6. Phương pháp sắc ký tẩm thấu gel (GPC).....	22
CHƯƠNG 2. THỰC NGHIỆM.....	24
2.1. Dụng cụ, thiết bị, hóa chất	24
2.1.1. Dụng cụ.....	24
2.1.2. Thiết bị.....	24
2.1.3. Hóa chất	24
2.2. Alginate và các oligoalginate.....	25
2.2.1. Chuẩn bị alginate và các oligoalginate	25

2.2.2. Xác định các thành phần đặc trưng của alginate và các oligoalginate	25
2.3. Tổng hợp composite HA/Alg	25
2.3.1. Tiến trình tổng hợp	25
2.3.2. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình tổng hợp vật liệu.....	26
2.4. Phân tích, xác định thành phần và các đặc trưng của HA/Alg	27
2.4.1. Xác định thành phần pha và đặc trưng cấu trúc vật liệu.....	27
2.4.2. Phân tích, đánh giá hình thái học và kích thước hạt của vật liệu	27
2.4.3. Phân tích, đánh giá đặc trưng nhiệt tính chất nhiệt của vật liệu	28
CHƯƠNG 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN.....	29
3.1. Chuẩn bị alginate và các oligoalginate	29
3.1.1. Phân tích các đặc trưng cấu trúc của alginate ban đầu	29
3.1.2. Tách và xác định các đặc trưng của các oligoalginate giàu khối M và khối G	34
3.2. Nghiên cứu quá trình tổng hợp composite HA/Alg.....	36
3.2.1. Phân tích hàm lượng alginate cần thiết.....	37
3.2.2. Ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng.....	40
3.2.3. Ảnh hưởng của dung môi rửa	42
3.2.4. Vai trò của cấu trúc polyme của alginate.....	42
3.3. Phân tích xác định thành phần và một số đặc trưng tính chất của composite hướng đến ứng dụng trong dược phẩm.....	46
3.3.1. Thành phần HA và alginate	46
3.3.2. Hàm lượng kim loại nặng và vi sinh vật.....	47
3.3.3. Độ nhiễm khuẩn.....	47
KẾT LUẬN.....	48
TÀI LIỆU THAM KHẢO	49
Tiếng Việt	49
Tiếng Anh	50

DANH MỤC CÁC KÝ HIỆU, CÁC CHỮ VIẾT TẮT

HA	Canxi hydroxyapatit
HA/Alg	Composite của HA và alginate
XRD	Phương pháp nhiễu xạ tia X
FTIR	Phương pháp phổ hồng ngoại
SEM	Phương pháp hiển vi điện tử quét
TEM	Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua
DTA-TGA	Phương pháp phân tích nhiệt vi sai - nhiệt trọng lượng
GPC	Phương pháp sắc ký thẩm thấu gel

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 2.1. Các mẫu thực nghiệm với tỷ lệ HA/Alg khác nhau	26
Bảng 3.1. Kết quả phân tích phổ ^{13}C -NMR của mẫu alginate.....	32
Bảng 3.2. Kết quả phân tích phổ ^1H -NMR của mẫu alginate.....	33
Bảng 3.3. Hàm lượng alginate thực tế trong các mẫu composite.....	38
Bảng 3.4. Các mẫu alginate	43
Bảng 3.5. Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu composite.....	47

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1.1: Ảnh SEM các dạng tồn tại của tinh thể HA.	2
Hình 1.2: Cấu trúc ô mạng cơ sở của tinh thể HA	3
Hình 1.3: Công thức cấu tạo của phân tử HA.	3
Hình 1.4: Thuốc bổ sung canxi sử dụng nguyên liệu HA bột dạng vi tinh thể.	5
Hình 1.5: Gốm y sinh HA tổng hợp bằng các phương pháp khác nhau.....	6
Hình 1.6: Sửa chữa khuyết tật của xương bằng gốm HA dạng khối xốp hoặc dạng hạt.....	6
Hình 1.7: Sơ đồ nguyên lý của phương pháp kết tủa.	8
Hình 1.8: Quá trình tạo và vỡ bọt dưới tác dụng của sóng siêu âm.	9
Hình 1.9: Đặc trưng cấu trúc của alginate: a) Các monome của alginate; b) Cấu trúc chuỗi, cấu dạng ghé; c) Các kiểu phân bố các khối trong mạch alginate.....	10
Hình 1.10: Các mô hình liên kết giữa ion Ca^{2+} và alginate	11
Hình 2.1: Sơ đồ bố trí nghiệm tổng hợp composite HA/Alg	25
Hình 3.1. Giải đồ XRD mẫu alginate.....	29
Hình 3.2. Phân bố trọng lượng phân tử mẫu alginate.....	30
Hình 3.3. Phổ FTIR mẫu alginate	31
Hình 3.4. Phổ ^{13}C NMR mẫu alginate	32
Hình 3.5. Phổ 1H NMR mẫu alginate	33
Hình 3.6. Phân bố trọng lượng phân tử mẫu G(a) và M(b) tạo thành	35
Hình 3.7. Phổ ^{13}C NMR mẫu G (a) và M (b)	36
Hình 3.8. Giải đồ TG-DTA của mẫu HA, mẫu alginate ban đầu và các mẫu composite với hàm lượng alginate khác nhau	38
Hình 3.9. Giải đồ XRD các mẫu composite với hàm lượng alginate khác nhau.....	39
Hình 3.10 là ảnh SEM của các mẫu composite với hàm lượng alginate thay đổi so sánh với mẫu HA không có alginate.	39
Hình 3.10. Ảnh SEM của các mẫu HA/Alg.....	40
Hình 3.11. Giải đồ XRD của các mẫu composite HA/Alg.....	41
Hình 3.12. Ảnh TEM của các mẫu HA/Alg	

tổng hợp ở các nhiệt độ khác nhau: a. 10°C, b. 30°C và c. 60°.....	41
Hình 3.13. Ảnh SEM của các mẫu composite	42
Hình 3.14. Ảnh SEM của mẫu HA và các mẫu composite.....	43
Hình 3.15. Ảnh TEM của các mẫu composite với các alginate khác nhau a-HA, b-HAA1, c-HAG, d-HAM, e-HAA2	44
Hình 3.16. Giải đồ phân tích nhiệt mẫu composite HA/alginate	46