

PHÂN TÁCH VẬT LIỆU GỐM Y SINH HYDROXYAPATITE (HA) TỪ XƯƠNG GÀ SỬ DỤNG PHƯƠNG PHÁP NHIỆT PHÂN HỦY

Preparation and Characterization of Bioceramic Hydroxyapatite (HA) Derived from Chicken Bones Using Pyrolysis

Hoàng Thị Trọng Hòa¹, Bùi Mạnh Hà², Bùi Xuân Vương^{2*}

¹Trường Đại học Sư phạm Thành phố Hồ Chí Minh

²Trường Đại học Sài Gòn

Tóm tắt

Hydroxyapatite (HA) – vật liệu gốm sinh học, được tổng hợp từ xương gà thông qua phương pháp nhiệt phân hủy. Quá trình này bao gồm thu thập, làm sạch xương bằng cách đun sôi và sấy khô, sau đó nung ở 800 °C trong 3 giờ để loại bỏ các thành phần hữu cơ và hình thành cấu trúc tinh thể HA. Vật liệu thu được được đánh giá bằng nhiễu xạ tia X (XRD), phổ hồng ngoại (FTIR), kính hiển vi điện tử quét (SEM), phổ tán sắc năng lượng tia X (EDX) và thử nghiệm MTT kiểm tra tính tương thích sinh học. Phân tích cho thấy HA tổng hợp có độ tinh khiết cao, chủ yếu là HA với một lượng nhỏ $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Thông số mạng tinh thể ($a \approx 9,29 \text{ \AA}$, $c \approx 6,76 \text{ \AA}$) cùng kích thước tinh thể trung bình ($D \approx 35,7 \text{ nm}$) tương ứng gần với giá trị chuẩn, xác nhận cấu trúc tinh thể ổn định. Quan sát SEM cho thấy các hạt HA nhỏ liên kết thành các cụm lớn, tạo độ xốp thuận lợi cho bám dính tế bào. Phân tích EDX ghi nhận tỷ lệ Ca/P là 1,62, gần với giá trị lý thuyết 1,67. Thử nghiệm MTT trên tế bào L929 chứng minh HA có khả năng tương thích sinh học tốt và thúc đẩy sự phát triển của tế bào.

Từ khóa: Hydroxyapatite; xương gà; nhiệt phân hủy; tính tương thích sinh học; gốm y sinh.

Abstract

Hydroxyapatite (HA), a bioceramic material, was successfully synthesized from chicken bones using a pyrolysis method. The synthesis process involved collecting and cleaning the bones by boiling and drying, followed by calcination at 800 °C for 3 hours to remove organic components and form a stable HA crystal structure. The obtained material was characterized using multiple analytical techniques. X-ray diffraction (XRD) results indicated that the synthesized HA had high purity, consisting mainly of HA with a small amount of $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, and the lattice parameters ($a \approx 9.29 \text{ \AA}$, $c \approx 6.76 \text{ \AA}$) and average crystallite size ($D \approx 35.7 \text{ nm}$) were close to standard values, confirming a stable crystal structure. Scanning electron microscopy (SEM) observations revealed that the HA nanoparticles aggregated into larger clusters, creating a porous structure favorable for cell adhesion. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) analysis showed a uniform distribution of Ca and P, with a Ca/P ratio of 1.62, close to the theoretical value of 1.67. Finally, MTT assays on L929 fibroblast cells demonstrated that the HA exhibited good biocompatibility and promoted cell proliferation.

Keywords: Hydroxyapatite; chicken bone; pyrolysis; biocompatibility; bio-ceramics.

*Tác giả liên hệ: bxvuong@sgu.edu.vn

1. Giới thiệu

Hydroxyapatite (HA), với công thức hóa học $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, là một khoáng chất thuộc nhóm calcium phosphate, có cấu trúc tinh thể lục giác sít chặt (Hexagonal close-packed) và đóng vai trò là thành phần vô cơ chính trong xương và răng của con người [1]. Vật liệu HA được quan tâm rộng rãi nhờ các đặc tính nổi bật như tính tương thích sinh học cao, khả năng dẫn xương, hoạt tính sinh học và độ bền hóa học tốt trong môi trường sinh lý. Nhờ những ưu điểm đó, HA đã được ứng dụng trong nhiều lĩnh vực, từ y sinh học (làm chất bổ sung khoáng calcium trong sữa và thực phẩm chức năng, vật liệu ghép xương, cấy ghép nha khoa, lớp phủ cho implant kim loại, hay giá thể trong kỹ thuật mô) đến môi trường và công nghiệp (hấp phụ ion kim loại nặng, làm chất mang xúc tác, hay chất xử lý nước thải nhờ khả năng trao đổi ion và hấp phụ bề mặt [2-4]). Nhiều phương pháp hóa học được dùng để tổng hợp vật liệu HA, chẳng hạn như kết tủa dung dịch, sol-gel, thủy nhiệt, vi sóng và vi nhũ tương đảo [5-6]. Tuy nhiên, chúng còn tồn tại một số hạn chế như chi phí cao do sử dụng các tiền chất tinh khiết, thiết bị phản ứng phức tạp, điều kiện phản ứng nghiêm ngặt, thời gian tổng hợp dài, cũng như yêu cầu các bước tinh chế phức tạp để loại bỏ các hóa chất dư thừa. Một hướng tiếp cận đang nhận được nhiều sự quan tâm là khai thác các phế phẩm sinh học giàu calcium và phosphorus, chẳng hạn như xương động vật, để chế tạo hydroxyapatite (HA) thông qua phương pháp nhiệt phân. So với các phương pháp tổng hợp hóa học khác, nhiệt phân có ưu điểm nổi bật là quy trình đơn giản, không yêu cầu sử dụng hóa chất phức tạp, hạn chế phát sinh chất thải thứ cấp và có khả năng bảo toàn tốt thành phần khoáng tự nhiên của xương, từ đó tạo ra HA có đặc tính gần với HA sinh học trong cơ thể. Nhờ vậy, phương pháp này không chỉ tận dụng hiệu quả nguồn nguyên liệu dồi dào mà còn góp phần giảm thiểu ô nhiễm môi trường, phù hợp với nguyên tắc hóa học xanh [7]. Trong thực tế, các loại xương bò, xương gà hay xương cá thường bị thải bỏ sau quá trình chế biến thực phẩm, làm gia tăng lượng rác thải khó phân hủy sinh học. Việc tái sử dụng các phế phẩm này để tổng hợp HA bằng nhiệt phân không chỉ giúp giảm áp lực xử lý chất thải mà còn tạo ra vật liệu có giá trị cao, ứng dụng trong y sinh và công nghiệp. Ở Việt Nam, thịt gà là một trong những thực phẩm được tiêu thụ phổ biến, kéo theo lượng xương gà thải ra mỗi ngày tương đối lớn. Đáng chú ý, xương gà chứa hàm lượng calcium và phosphorus cao, rất thích hợp làm tiền chất cho quá trình nhiệt phân để sản xuất HA sinh học [8]. Xuất phát từ những ưu điểm đó, nghiên cứu này tập trung tổng hợp HA tự nhiên từ xương gà bằng phương pháp nhiệt phân. Các kỹ thuật đặc trưng lý – hóa – sinh học được sử dụng nhằm xác định cấu trúc, thông số mạng tinh thể và kích thước hạt, đồng thời đánh giá khả năng tương thích sinh học của vật liệu HA thu được.

2. Thực nghiệm và phương pháp đánh giá

2.1. Quy trình tổng hợp HA

Xương gà được thu thập từ các bữa ăn gia đình và xử lý ngay sau khi lấy mẫu. Trước hết, chúng được rửa nhiều lần bằng nước cất để loại bỏ bụi bẩn và tạp chất bám trên bề mặt. Tiếp theo, mẫu được đun sôi trong khoảng 2 giờ nhằm loại bỏ phần thịt, mỡ và protein còn sót lại, đồng thời giúp khử mùi và làm sạch cấu trúc khoáng bên trong. Sau bước này, xương

được rửa lại bằng nước và để khô tự nhiên trước khi chuyển sang giai đoạn sấy. Quá trình sấy khô được tiến hành ở 100 °C trong 6 giờ, nhằm loại bỏ hoàn toàn độ ẩm còn lại và hạn chế nguy cơ nứt gãy khi xử lý ở nhiệt độ cao. Sau đó, các mẫu được nung trong lò nung ở 800 °C trong vòng 3 giờ. Điều kiện nhiệt này được lựa chọn dựa trên những báo cáo trước đây để đảm bảo quá trình phân hủy hoàn toàn thành phần hữu cơ, đồng thời thúc đẩy sự kết tinh của hydroxyapatite (HA) [9]. Sau khi nung, mẫu xương trở nên giòn, dễ nghiền. Các mẫu được để nguội tự nhiên, sau đó nghiền mịn bằng cối sứ để thu được bột HA có nguồn gốc từ xương gà với hiệu suất đạt khoảng 63 %, dùng cho các phân tích đặc trưng tiếp theo.

2.2. Phương pháp đánh giá

Các mẫu hydroxyapatite (HA) điều chế từ xương gà được khảo sát bằng các phương pháp phân tích nhằm làm rõ đặc điểm cấu trúc và hình thái. Phổ nhiễu xạ tia X (XRD) được sử dụng để xác định thành phần pha, đánh giá mức độ tinh thể hóa cũng như tính toán một số thông số mạng đặc trưng. Hình thái bề mặt được kiểm tra bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM), đồng thời phổ tán sắc năng lượng tia X (EDX) được sử dụng để xác định thành phần nguyên tố và tỷ lệ Ca/P của mẫu. Kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM) được áp dụng để quan sát cấu trúc ở cấp độ nano, từ đó cung cấp thêm dữ liệu chi tiết về hình dạng và kích thước hạt tinh thể. Ngoài các phép phân tích lý – hóa, khả năng tương thích sinh học của vật liệu được đánh giá thông qua thử nghiệm MTT. Trong quy trình này, tế bào được nuôi cấy trong môi trường có bổ sung bột HA và sau một thời gian ủ nhất định sẽ được xử lý với dung dịch MTT. Enzym ty thể của tế bào khử MTT thành sản phẩm formazan không tan, và lượng formazan được xác định thông qua đo quang phổ hấp thụ. Kết quả đo phản ánh trực tiếp tỷ lệ tế bào sống sót, qua đó cho phép nhận xét về mức độ an toàn sinh học của mẫu HA.

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Phân tích phổ XRD

Phổ nhiễu xạ tia X (XRD) của mẫu xương gà nung ở 800 °C trong 3 giờ cho thấy sự xuất hiện rõ ràng của các vạch đặc trưng của hydroxyapatite (HA). Khi so sánh với phổ chuẩn (JCPDS 09-0432), tất cả các đỉnh nhiễu xạ điển hình của HA đều được xác định và gán chỉ số Miller (hkl) đầy đủ, như thể hiện ở Hình 1. Trong đó, hai đỉnh nổi bật nhất lần lượt xuất hiện tại khoảng $2\theta \approx 26^\circ$ ứng với mặt phẳng (002) và $2\theta \approx 32^\circ$ ứng với mặt phẳng (211), phản ánh cấu trúc mạng tinh thể đặc trưng của HA. Ngoài ra, chỉ quan sát thấy một đỉnh có cường độ rất thấp, được đánh dấu (*), đặc trưng cho pha $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Pha $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ thường được ghi nhận khi tổng hợp HA từ nguồn sinh khối và bản thân nó cũng được ứng dụng rộng rãi như một loại gốm y sinh theo báo cáo trong các nghiên cứu trước đây [10-12]. Pha $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ trong mẫu có thể hình thành do sự phân hủy cục bộ của hydroxyapatite ở nhiệt độ cao hoặc do các quá trình thay thế ion trong cấu trúc HA sinh học. Về tính chất, pha $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ có khả năng phân hủy sinh học nhanh hơn HA, nên có thể hỗ trợ quá trình tái tạo xương và tăng cường tương tác sinh học. Tuy nhiên, nếu hàm lượng pha này quá lớn, nó có thể làm giảm độ bền cơ học và độ ổn định của vật liệu. Trong nghiên cứu này, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ chỉ xuất hiện với cường độ rất thấp trên phổ XRD, vì vậy không gây ảnh hưởng đáng kể đến

tính chất tổng thể, mà còn có thể góp phần cải thiện hiệu quả ứng dụng sinh học của vật liệu. Như vậy, vật liệu HA thu được từ xương gà trong nghiên cứu này đạt độ tinh khiết cao. Kết quả phân tích XRD khẳng định rằng điều kiện nung ở 800 °C trong 3 giờ là phù hợp để loại bỏ hoàn toàn các thành phần hữu cơ (collagen, protein) và carbonate trong xương, đồng thời thúc đẩy quá trình tái kết tinh HA. Ở mức nhiệt này, cấu trúc HA vẫn được duy trì ổn định mà chưa xảy ra sự phân hủy đáng kể sang các pha calcium phosphate khác [11-12]. Do đó, sản phẩm thu được có mức độ kết tinh cao, thành phần chủ yếu là HA với lượng tạp chất rất thấp, đáp ứng tốt các yêu cầu cho ứng dụng trong lĩnh vực vật liệu sinh học.

Thông số mạng của vật liệu HA tổng hợp được tính theo các công thức 1-4 (E. Rabiei và cộng sự, 2020). Trong đó $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, $n = 1$; h, k, l là các chỉ số của mặt phẳng Miller; a, c là các tham số mạng của hệ tinh thể lục giác HA; v là thể tích ô mạng; D là kích thước tinh thể tính cho mỗi đỉnh nhiễu xạ.

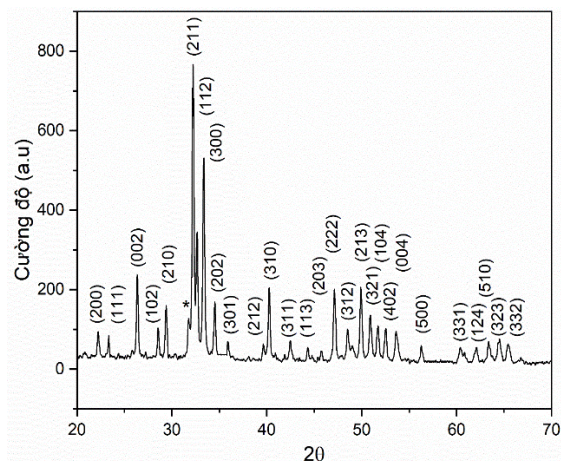
$$n.\lambda = 2d.\sin\theta \quad (1)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} * \frac{h^2 + h.k + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2)$$

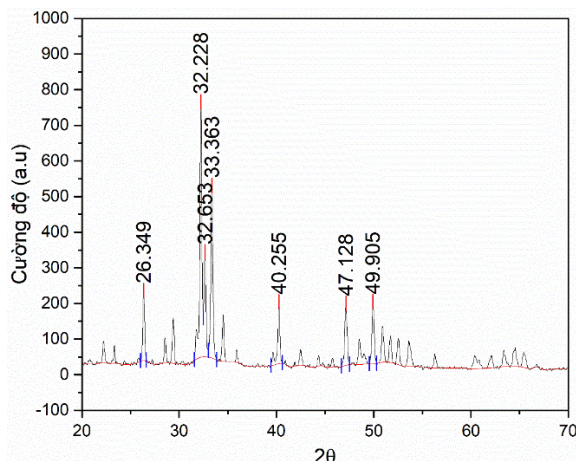
$$D = \frac{K.\lambda}{\beta.\cos\theta} \quad (3)$$

$$v = a^2.c.\sin(60^\circ) \quad (4)$$

Dựa trên phổ nhiễu xạ tia X và kết quả xử lý bằng phần mềm Origin, bảy đỉnh nhiễu xạ đặc trưng của mẫu hydroxyapatite (HA) đã được chọn để tính toán các thông số mạng tinh thể của vật liệu HA tổng hợp (Hình 2). Kết quả tính toán thông số mạng của vật liệu HA được trình bày trong Bảng 1. Các đỉnh nhiễu xạ được lựa chọn với giá trị 2θ quan sát được dao động trong khoảng $26,3^\circ$ đến $49,9^\circ$, tương ứng với các mặt tinh thể (002), (211), (112), (300), (310), (222) và (213). Từ các số liệu về góc nhiễu xạ, khoảng cách mặt phẳng d_{hkl} , cùng các thông số β và $\cos\theta$, các tham số mạng cơ bản được xác định là $a \approx 9,29 \text{ \AA}$, $c \approx 6,76 \text{ \AA}$, thể tích ô mạng $v \approx 505,25 \text{ \AA}^3$ và kích thước tinh thể trung bình $D \approx 35,7 \text{ nm}$. Các thông số mạng a, c , và v thu được của mẫu HA trong nghiên cứu này rất gần với các thông số mạng của vật liệu HA chuẩn với $a = 9.418 \text{ \AA}$, $c = 6.884 \text{ \AA}$, and $v = 528.8 \text{ \AA}^3$ (JCPDS 09-0432). Độ tương đồng khi so sánh đại lượng thể tích ô mạng của mẫu HA tổng hợp so với mẫu HA chuẩn đạt 95,55 %. Những kết quả đạt được khẳng định mẫu HA tự nhiên tổng hợp được từ xương gà có mạng cấu trúc lục giác đặc trưng, kích thước tinh thể nanomet, tương đương với hydroxyapatite chuẩn.



Hình 1. Giản đồ nhiễu xạ XRD của vật liệu HA tổng hợp



Hình 2. Các peak chính sử dụng để xác định thông số mạng tinh thể của HA

Bảng 1. Thông số mạng tinh thể của HA tổng hợp

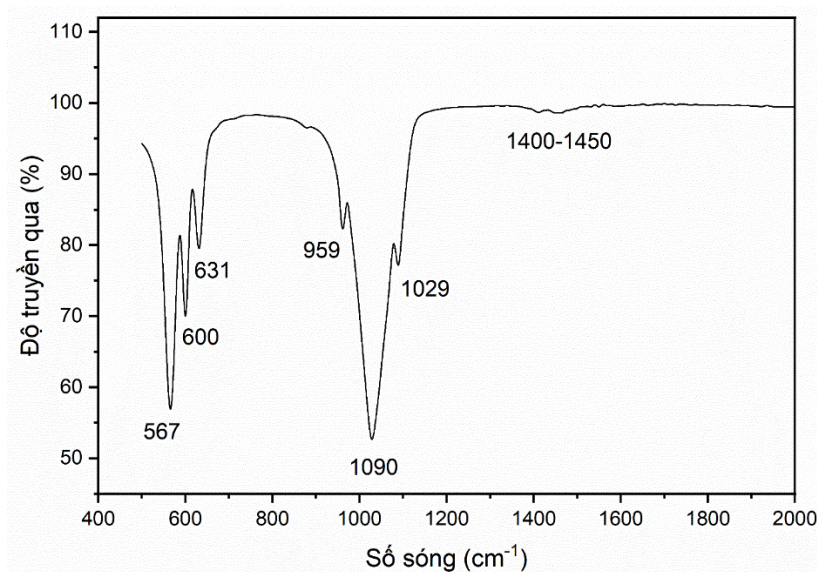
hkl	$2\theta^\circ$	$\sin\theta$	d_{hkl} (Å)	$\cos\theta$	β (Degree)	β (Radian)	D (Å)
002	26.349	0.227918	3.379731	0.97368	0.20833	0.00363604	387.2882
211	32.228	0.277549	2.775362	0.960711	0.21862	0.00381564	374.0414
112	32.653	0.281111	2.740203	0.959675	0.23391	0.0040825	349.9689
300	33.363	0.287051	2.683493	0.957915	0.22643	0.00395195	362.1942
310	40.255	0.34411	2.238526	0.938929	0.22388	0.00390744	373.7269
222	47.128	0.399773	1.926843	0.916614	0.26954	0.00470436	317.9749
213	49.905	0.421867	1.825932	0.906658	0.25752	0.00449457	336.4714

$$a = 9,29 \text{ Å}; c = 6,76 \text{ Å}; v = 505,2528 \text{ Å}^3; \bar{D} = 357.3808 \text{ Å} \approx 35,7 \text{ nm}$$

3.2. Phân tích phổ FTIR

Phổ FTIR của mẫu HA tổng hợp cho thấy các dải hấp thụ đặc trưng phản ánh rõ ràng cấu trúc hóa học của vật liệu (Hình 3). Vùng dao động rộng nằm trong khoảng $1400\text{--}1450 \text{ cm}^{-1}$ được gán cho dao động uốn của nhóm carbonate (CO_3^{2-}). Sự xuất hiện của dải này cho thấy trong mạng tinh thể có sự thay thế một phần nhóm phosphate bởi carbonate, hiện tượng thường gặp ở hydroxyapatite tự nhiên và không ảnh hưởng đến tính chất sinh học của vật liệu [7, 13-14]. Các dải hấp thụ mạnh tại 1090 , 1029 và 959 cm^{-1} tương ứng với các dao động kéo giãn bất đối xứng và đối xứng của nhóm phosphate (PO_4^{3-}), đây là tín hiệu đặc trưng quan trọng khẳng định sự tồn tại của khung cấu trúc phosphate trong hydroxyapatite [14-15]. Đáng chú ý, đỉnh tại 631 cm^{-1} liên quan đến dao động uốn bên ngoài mặt phẳng của nhóm hydroxyl (OH^-), chứng minh sự hiện diện của nhóm OH đặc trưng trong cấu trúc tinh thể [15]. Ngoài ra, các đỉnh tại 600 và 567 cm^{-1} được quy cho dao động uốn của nhóm phosphate, bổ sung thêm bằng chứng cho thấy cấu trúc PO_4^{3-} trong phân tử HA [14-15].

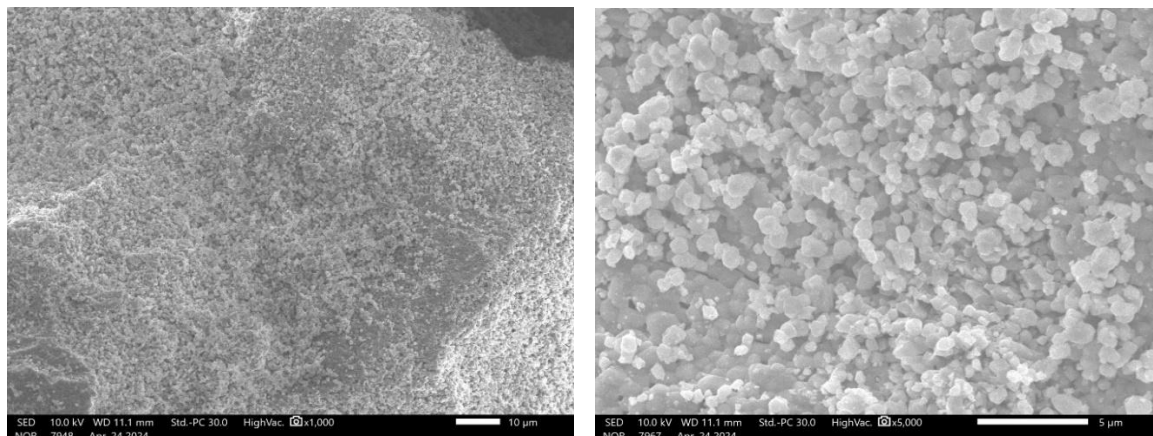
Việc quan sát đầy đủ các dải đặc trưng không chỉ xác nhận sự hình thành của hydroxyapatite tự nhiên trong mẫu mà còn phản ánh mức độ hoàn chỉnh của mạng tinh thể cũng như khả năng thay thế ion trong quá trình hình thành vật liệu HA [7, 14-15].



Hình 3. Phổ FTIR của vật liệu HA tổng hợp

3.3. Quan sát ảnh SEM

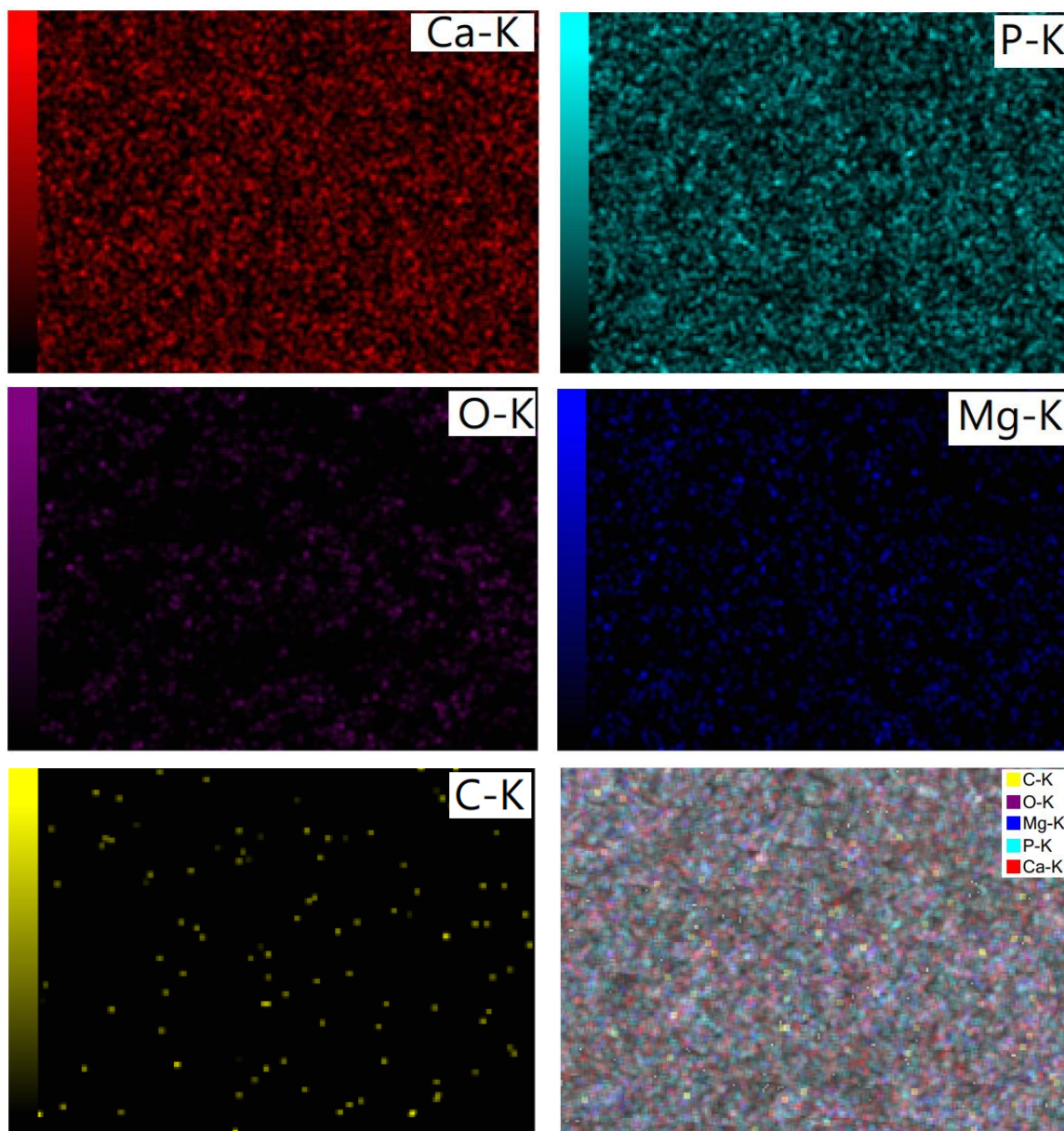
Ảnh SEM trên thể hiện bề mặt của mẫu hydroxyapatite (HA) quan sát ở độ phóng đại 1.000 và 5.000 lần. Hình ảnh cho thấy các hạt vật liệu phân bố dày đặc, liên kết chặt chẽ tạo thành cụm, đồng thời bề mặt khá xốp và không đồng nhất. Các hạt có dạng gần như cầu hoặc bất định hình, các hạt nhỏ kết tụ thành những khối lớn hơn. Sự kết tụ này thường xảy ra do năng lượng bề mặt cao của các hạt nano, dẫn đến xu hướng giảm năng lượng tự do thông qua liên kết hoặc va chạm [16]. Cấu trúc bề mặt xốp và nhiều hạt mịn như quan sát được có thể tạo điều kiện thuận lợi cho khả năng bám dính tế bào và trao đổi ion, từ đó nâng cao tính tương thích sinh học và khả năng ứng dụng của vật liệu trong các lĩnh vực như y sinh hoặc cấy ghép xương [17].



Hình 4. Ảnh SEM của vật liệu HA ở các độ phóng đại X.1000 và X.5000

3.4. Phân tích nguyên tố EDX

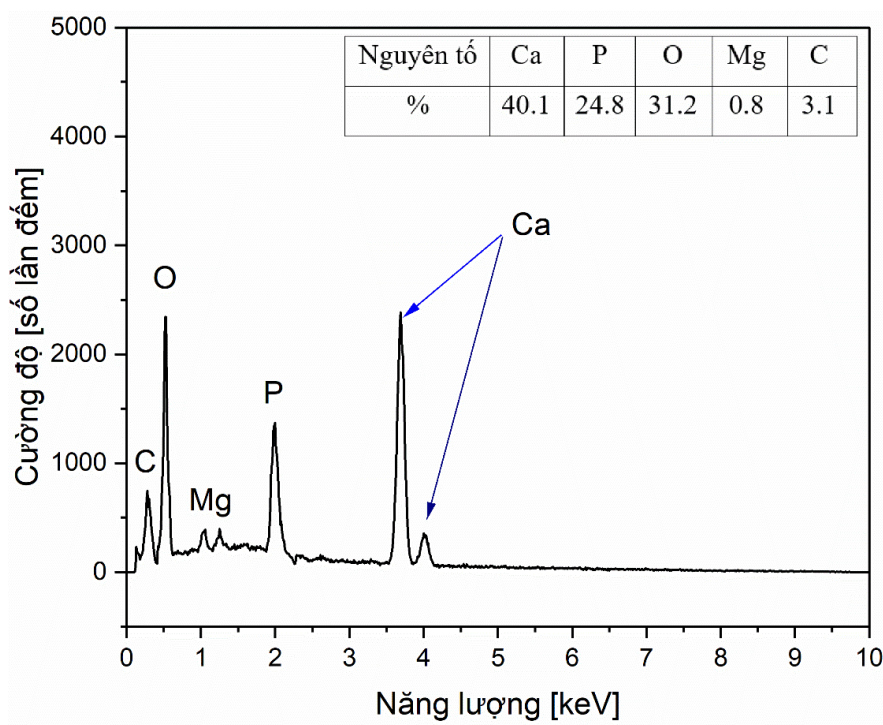
Thành phần các nguyên tố trong mẫu HA tổng hợp từ xương gà được phân tích bằng phổ tán sắc năng lượng tia X (EDX). Hình 5 trình bày bản đồ EDX (EDX-mapping) của mẫu HA với sự có mặt của các nguyên tố như Ca, P, O, Mg, và C. Bản đồ EDX cho thấy Ca, P và O phân bố đồng đều trên toàn bề mặt, khẳng định cấu trúc giàu hydroxyapatite đặc trưng của mẫu. Nguyên tố Mg xuất hiện với cường độ yếu và phân tán rải rác, cho thấy vai trò của Mg như thành phần vi lượng, trong khi tín hiệu C thừa thớt chủ yếu liên quan đến nhóm carbonate còn sót lại hoặc do sự hấp phụ CO_2 vào mẫu đo. Hình chồng đầy đủ các nguyên tố thể hiện sự hòa trộn đồng nhất, chứng minh sự phân bố nguyên tố ổn định trong vật liệu HA tổng hợp.



Hình 5. Ảnh EDX-Mapping của vật liệu HA

Hình 6 trình bày phổ EDX định lượng các nguyên tố có mặt trong mẫu HA tổng hợp được. Kết quả cho thấy các đỉnh đặc trưng của Ca, P và O với cường độ cao, kèm theo tín hiệu yếu của Mg và C, khẳng định mẫu chủ yếu chứa thành phần hydroxyapatite với một lượng nhỏ tạp chất hoặc nhóm thay thế [18-19]. Trong đó, đỉnh Ca nổi bật so với các nguyên tố khác, tiếp đến là P và O, phản ánh khung cấu trúc Ca–P–O điển hình của HA. Dựa vào hàm lượng nguyên tố tính theo % nguyên tử (Ca = 40,1%; P = 24,8%), tỉ lệ Ca/P được xác định khoảng 1,62, hơi thấp hơn giá trị chuẩn của hydroxyapatite lý thuyết (Ca/P = 1,67) [20]. Giá trị Ca/P = 1,62 thấp hơn so với giá trị lý thuyết (1,67) là đặc trưng thường gặp của hydroxyapatite có nguồn gốc sinh học. Sự sai lệch này chủ yếu do các khuyết tật mạng tinh thể, hiện tượng thay thế ion (chẳng hạn CO_3^{2-} thay thế PO_4^{3-} hoặc OH^-) và sự hiện diện của các nguyên tố vi lượng như Mg^{2+} , dẫn đến thiếu hụt Ca nhẹ hoặc dư P tương đối. Đặc điểm này phù hợp với bản chất của HA sinh học, giúp vật liệu có cấu trúc gần với xương tự nhiên hơn, từ đó góp phần cải thiện tính tương thích sinh học và khả năng tái tạo mô.

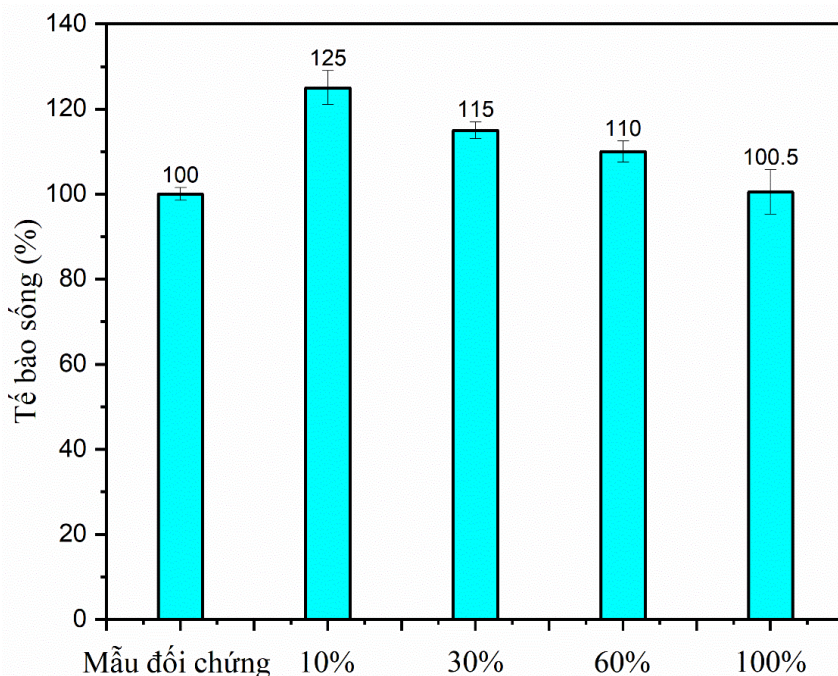
Như vậy, các phân tích XRD, FTIR và SEM-EDX cho thấy hydroxyapatite (HA) tổng hợp từ xương gà có nhiều ưu điểm so với các nguồn sinh học khác như xương bò, xương cá và vỏ trứng. Cụ thể, HA từ xương gà có tỷ lệ Ca/P gần giá trị lý thuyết (~1,67) và chứa một lượng nhỏ ion thay thế (CO_3^{2-}), góp phần cải thiện tính tương thích sinh học. Đồng thời, vật liệu này có kích thước hạt nhỏ, diện tích bề mặt lớn, độ ổn định nhiệt tốt và ít tạp chất hữu cơ sau nhiệt phân. So với đó, HA từ vỏ trứng thường thiếu phosphorus và cấu trúc xốp tự nhiên, trong khi xương bò và cá có thể đòi hỏi xử lý phức tạp hơn. Nhờ sự cân bằng về thành phần và cấu trúc, xương gà là nguồn nguyên liệu tiềm năng cho tổng hợp HA ứng dụng trong y sinh.



Hình 6. Phổ EDX của vật liệu HA

3.5. Đánh giá tính tương thích sinh học của vật liệu HA

Kết quả phân tích tính tương thích sinh học của vật liệu HA với tế bào nguyên bào sợi (fibroblast) L929 được thể hiện ở Hình 7. Tế bào sống trong các mẫu tiếp xúc với HA đều cao hơn so với mẫu đối chứng, với mức sống đạt 125% ở nồng độ 10%, 115% ở 30%, 110% ở 60% và 100,5% ở 100%. Điều này cho thấy HA không chỉ không độc hại mà còn có khả năng kích thích sự phát triển của tế bào ở các nồng độ thấp và trung bình. Sự giảm nhẹ về tỷ lệ tế bào sống ở nồng độ 60% và 100% so với mức cao nhất 10% có thể phản ánh hiệu ứng bão hòa hoặc tác động của nồng độ vật liệu lên môi trường nuôi cấy [20-21]. Nhìn chung, vật liệu HA thể hiện tính tương thích sinh học tốt với tế bào L929, phù hợp cho các ứng dụng trong mô học và y học tái tạo.



Hình 7. Độc tính tế bào của HA tổng hợp trên tế bào nguyên bào sợi L929 ở các nồng độ chiết xuất khác nhau

4. Kết luận

Nghiên cứu đã thành công trong việc tổng hợp hydroxyapatite (HA) từ xương gà bằng phương pháp nhiệt phân hủy. Quá trình này loại bỏ các thành phần hữu cơ và hình thành HA có cấu trúc tinh thể ổn định. Kết quả phân tích bằng nhiễu xạ tia X (XRD) cho thấy vật liệu thu được có độ tinh khiết cao, chủ yếu là HA với một lượng rất nhỏ $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, đồng thời cấu trúc tinh thể lục giác đặc trưng của HA được xác nhận, với các thông số mạng tinh thể gần với giá trị chuẩn. Phổ hồng ngoại (FTIR) ghi nhận sự hiện diện của các nhóm phosphate, hydroxyl và carbonate, khẳng định cấu trúc hóa học đặc trưng của HA. Quan sát bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM) cho thấy HA gồm các hạt nanomet liên kết thành cụm, tạo cấu trúc xốp thuận lợi cho bám dính tế bào. Phân tích nguyên tố bằng phổ tán sắc năng lượng tia X (EDX) xác định sự phân bố đồng đều của Ca và P, với tỷ lệ Ca/P là 1,62, gần với giá trị

lý thuyết 1,67. Kết quả thử nghiệm MTT trên tế bào nguyên bào sợi L929 chứng minh HA có tính tương thích sinh học tốt và còn có khả năng kích thích sự phát triển của tế bào ở nồng độ thấp và trung bình. Như vậy, việc sử dụng xương gà làm nguyên liệu tổng hợp HA có chi phí thấp và thân thiện với môi trường. Phương pháp này vừa giúp giảm lượng rác thải sinh học vừa tạo ra vật liệu có giá trị cao cho các ứng dụng y sinh học, đặc biệt là làm vật liệu cấy ghép xương.

“Lời cảm ơn: Bài báo này là sản phẩm của đề tài nghiên cứu mã số CS.2025.A4.014 được tài trợ bởi Trường Đại học Sài Gòn”.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- S. V. Dorozhkin. Bioceramics of calcium orthophosphates. *Biomaterials*, Vol. 31, Issue 7, pp. 1465–1485, 2010.
- W. Liu, N. Cheong, Z. He, T. Zhang. Application of hydroxyapatite composites in bone tissue engineering: A review. *Journal of Functional Biomaterials*, Vol. 16, Issue 4, Article 127, 2025.
- A. Vijayan, J. Vishnu, R. A., B. Shankar, S. Sambhudevan. A review on hydroxyapatite fabrication: From powders to additive manufactured scaffolds. *Biomaterials Science*, Vol. 13, Issue 4, pp. 913–945, 2025.
- M. Prakasha, H. K. Rajan, M. N. Chandrababha, S. Shetty, T. Tanushka, S. Girish Kumar. Recent developments in green synthesis of hydroxyapatite nanocomposites: Relevance to biomedical and environmental applications. *Green Chemistry Letters and Reviews*, Vol. 17, 2024.
- M. K. Alam, M. S. Hossain, M. Kawsar. Synthesis of nano-hydroxyapatite using emulsion, pyrolysis, combustion, and sonochemical methods and biogenic sources: A review. *RSC Advances*, Vol. 14, pp. 10759–10789, 2024.
- Z. Kareem, E. Eyiler. Synthesis of hydroxyapatite from eggshells via wet chemical precipitation: A review. *RSC Advances*, Vol. 14, pp. 21439–21452, 2024.
- S. Sadat-Shojai, M. T. Khorasani, E. Dinpanah-Khoshdargi, A. Jamshidi. Synthesis methods for nanosized hydroxyapatite with diverse structures. *Acta Biomaterialia*, Vol. 9, pp. 7591–7621, 2013.
- A. Mahato, M. S. Kiran, D. R. Mahapatra. Extraction of hydroxyapatite from chicken bone waste for biomedical applications. *Ceramics International*, Vol. 46, Issue 4, pp. 5115–5123, 2020.
- D. Adji. Sustainable synthesis of hydroxyapatite from poultry waste for veterinary applications: A calcination approach. *Open Veterinary Journal*, Vol. 15, pp. 1695–1701, 2025.
- E. Barua. Effect of pre-treatment and calcination process on micro-structure of HA derived from chicken bone bio-waste. *Materials Today: Proceedings*, Vol. 15, pp. 188–198, 2019.

- S. Pai. A review on the synthesis of hydroxyapatite, its composites and respective biomedical applications. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, Vol. 108, pp. 1182–1199, 2020.
- N. A. S. M. Pu'ad, A. J. Matthews, S. L. Bakar. Syntheses of hydroxyapatite from natural sources. *Heliyon*, Vol. 5, 2019.
- E. Rabiei, M. Moztafzadeh, F. Mozafari. Comparing methods for calculating nano crystal size of natural hydroxyapatite using X-ray diffraction. *Nanomaterials*, Vol. 10, Article 1627, 2020.
- R. S. F. Silva, G. O. Silva, J. M. Granjeiro. Infrared spectroscopy analysis of natural and synthetic hydroxyapatite. *Ceramics International*, Vol. 44, pp. 21562–21569, 2018.
- K. Ramesh, S. S. Suresh, A. V. Reddy. FTIR and XRD studies of hydroxyapatite derived from natural bones for biomedical applications. *Materials Science and Engineering C*, Vol. 68, pp. 758–764, 2016.
- S. Koutsopoulos. Synthesis and characterization of hydroxyapatite crystals: A review study on the analytical methods. *Journal of Biomedical Materials Research*, Vol. 62, pp. 600–612, 2002.
- J. R. Jones. Porous bioactive glass scaffolds for bone regeneration. *Biomaterials*, Vol. 27, pp. 964–973, 2006.
- M. Vallet-Regí, J. M. González-Calbet. Calcium phosphates as substitution of bone tissues. *Progress in Solid State Chemistry*, Vol. 32, pp. 1–31, 2004.
- R. Z. LeGeros. Calcium phosphate-based osteoinductive materials. *Chemical Reviews*, Vol. 108, pp. 4742–4753, 2008.
- N. Thi-Hiep, L. Byong-Taek. The effect of cross-linking on the microstructure, mechanical properties and biocompatibility of electrospun polycaprolactone-gelatin/PLGA-gelatin/PLGA-chitosan hybrid composite. *Science and Technology of Advanced Materials*, Vol. 13, Issue 3, 2012.
- S. Karya, S. Makmur, S. Nurdin, A. Hairus. Synthesis and characterizations of natural limestone-derived nano-hydroxyapatite (HAp): A comparison study of different metals doped HAp on antibacterial activity. *RSC Advances*, Vol. 11, pp. 15896–15904, 2021.

Ngày nhận bài: 03/10/2025

Ngày nhận đăng: 05/8/2026