

بررسی مقایسه‌ای خواص مکانیکی و زیست فعالی میکرو و نانو ذرات سمان‌های کلاس آینومر دندان‌دانی

معصومه خاقانی*، علی دوست محمدی***#

* کارشناس ارشد مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد، ایران
*** استادیار گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی مهندسی، دانشگاه شهرکرد، ایران
تاریخ ارائه مقاله: ۹۲/۸/۱۸ - تاریخ پذیرش: ۹۳/۲/۲۰

A Comparative Study of Bioactivity and Mechanical Properties of Micro and Nano Dental Glass Ionomer Cement Particles

Masoomeh Khaghani*, Ali Doostmohammadi***#

* MSc, Material Engineering Department, Islamic Azad University of Najafabad, Esfahan, Iran.

** PhD, Assistant Professor, Dept of Materials, School of Engineering, Shahrekord University, Shahrekord, Iran.

Received: 9 November 2013 ; Accepted: 10 May 2014

Introduction: Lack of information about different glass ionomer cements (GICs) in Iran's market makes it necessary to conduct further studies about production of glass ionomer cement. The purpose of this study was preparation and characterization of glass ionomer cements nano and microparticles and comparing their mechanical properties and *in vitro* bioactivity.

Materials & Methods: The nanoparticles of the ceramic part of GIC were prepared using sol-gel method with particle size less than 80 nm and microparticles of the ceramic part of GIC were produced through melting method with particle size less than 70 μm . XRD, XRF, SEM and TEM examinations were used to evaluate phase structure, chemical composition and particles' morphology. For investigating the *in vitro* bioactivity, samples were immersed in the simulated body fluid (SBF) for 28 days. Scanning electron microscope (SEM) was used for confirmation of the apatite layer formation on the surface of glass ionomer cements. Also, the compressive strength of the samples was determined and compared. One-way ANOVA was used for data analysis.

Results: The results confirmed the production of GIC using the sol-gel and melting technique. Amorphous and glassy structure of GIC powders and their proper chemical composition were verified by characterization tests. The result of soaking in SBF showed that nGIC had higher bioactivity in comparison to μGIC . The compressive strength measurements showed that nGIC had higher compressive strength in comparison to μGIC .

Conclusion: All these results confirmed higher *in vitro* bioactivity and compressive strength of nano glass ionomer cements compared to macro glass ionomer cements.

Key words: Glass ionomer cement, sol-gel method, micro technique, bioactivity, compressive strength.

Corresponding Author: Alidstm@gmail.com

J Mash Dent Sch 2014; 38(3): 201-10 .

چکیده

مقدمه: عدم وجود اطلاعات کافی در مورد سیمان‌های گلاس آینومر مختلف در بازار ایران، ضرورت مطالعه بیشتر در زمینه ساخت سمان گلاس آینومر را الزامی می‌سازد. هدف از پژوهش حاضر، ساخت و مشخصه‌یابی نانو ذرات و میکرو ذرات سمان گلاس آینومر و مقایسه خواص زیستی و مکانیکی آن‌ها بود.

مواد و روش‌ها: نانو پودر سرامیکی سمان گلاس آینومر با اندازه دانه کمتر از ۸۰ نانومتر به روش سل-ژل و میکرو ذرات آن با اندازه دانه تقریبی کمتر از ۷۰ میکرومتر با استفاده از روش ذوبی ساخته شد. جهت مطالعات فازی، تأیید حضور اکسیدها در ترکیب نهایی، اندازه و

مولف مسؤول، نشانی: شهرکرد، دانشگاه شهرکرد، گروه مواد دانشکده فنی-مهندسی، تلفن: ۰۹۱۳۳۲۶۶۶۳۲

E-mail: Alidstm@gmail.com

همچنین شکل ذرات به ترتیب از آزمون‌های مشخصه‌یابی XRF، XRD، SEM و TEM بهره گرفته شد. برای بررسی خواص زیستی، نمونه‌ها در محلول شبیه‌سازی شده بدن (SBF)، به مدت ۲۸ روز غوطه‌ور شدند و از SEM برای تأیید و تشخیص لایه آپاتیت بر روی سطح نمونه‌ها بهره گرفته شد. از آزمون استحکام فشاری نیز جهت تعیین استحکام نمونه‌ها استفاده شد. تحلیل آماری داده‌ها با استفاده از آزمون *t*-student انجام شد.

یافته‌ها: نتایج آزمون‌های مشخصه‌یابی، ساخت جزء سرامیکی سیمان‌های گلاس‌آینومر به دو روش سل-ژل و ذوبی را تأیید کردند. نتایج حاصل از آزمون‌های غوطه‌وری و استحکام فشاری نشان دادند که پودر سمان نانومتری از فعالیت زیستی و استحکام بیشتری نسبت به پودر سمان میکرومتری برخوردار بود.

نتیجه‌گیری: تمامی این نتایج نشان داد که گلاس‌آینومر نانوساختار (nGIC)، در مقایسه با گلاس‌آینومر میکروساختار (μ GIC) خواص مکانیکی بهتر و زیست فعالی مطلوب‌تری را در محیط فیزیولوژیکی بدن نشان می‌دهد.

واژه‌های کلیدی: سمان گلاس‌آینومر، روش سل-ژل، روش ذوبی، زیست فعالی، استحکام فشاری. مجله دانشکده دندانپزشکی مشهد / سال ۱۳۹۳ دوره ۳۸ / شماره ۳: ۱۰-۲۰۱.

مقدمه

یون‌های آلومینم و کلسیم می‌باشد که پس از آن با پلی‌اکریلیک اسید ترکیب می‌شوند تا زنجیره‌های پلی‌اکریلات کلسیم و آلومینیوم تشکیل شود. یون‌های کلسیم و آلومینیوم با حمله پروتون بر سطح ذرات گلاس آزاد می‌شوند و این یون‌ها با تشکیل پیوند عرضی با زنجیره‌های پلی‌اسید شبکه‌ای متخلخل ایجاد می‌کنند که عبور آزاد یون‌های هیدروکسیل و فلوراید را به سمت داخل و خارج ماده زمینه‌ای سمان ممکن می‌سازد. واکنش سخت شدن گلاس‌آینومر یک واکنش طولانی مدت دنباله‌دار است که تا یک ماه پس از جایگزینی ماده ادامه می‌یابد.^(۱) در واقع می‌توان گفت گلاس‌آینومر، ماده‌ای غیرمعمول با خاصیت عالی و متفاوت از سایر مواد است. خاصیت نیمه شفاف آن همانند چینی دندان است و به نسج دندان می‌چسبد.^(۲) این مواد چسبندگی دائمی به مینا و عاج پیدا می‌کنند^(۳)، که این امر سبب می‌شود درز بین ماده و نسج دندانی تقریباً به طور کامل بسته شده و مانع از نفوذ عوامل پوسیدگی زا گردد و بدین وسیله مانع از پیدایش پوسیدگی ثانویه می‌شود.^(۴) اخیراً گزارش شده است که این مواد دارای خاصیت آزادسازی فلوراید به مدت طولانی هستند و هنگامی که در معرض محلول فلوراید قرار می‌گیرند قادر به جذب فلوراید هستند و

سیمان‌های گلاس‌آینومر حدود سی سال است که در دندانپزشکی مورد استفاده قرار می‌گیرند. اختراع سمان گلاس‌آینومر در سال ۱۹۶۹ توسط ویلسون و کنت نتیجه مستقیم مطالعات ابتدایی روی سیمان‌های سیلیکات دندانپزشکی بوده است.^(۱) سیمان‌های گلاس‌آینومر از نظر ظاهر و طرز کار شبیه سیمان‌های سیلیکات و از نظر چسبندگی شبیه سیمان‌های پلی‌کربوکسیلات می‌باشند.^(۲) ترکیبات سمان گلاس‌آینومر پیچیده و متنوع است. حتی دو نمونه تجاری از نظر ترکیب یکسان نیستند و ممکن است از نظر کیفیت نیز متفاوت باشند. با وجود این برخی ویژگی‌های شیمیایی در این مواد مشترک است. ماده اصلی تشکیل‌دهنده سمان گلاس‌آینومر، کلسیم فلوروآلومینو سیلیکات است.^(۳) سه جزء اصلی تشکیل‌دهنده سیمان‌های گلاس‌آینومر مصرفی در دندانپزشکی، سیلیکا (SiO₂)، آلومینا (Al₂O₃) و کلسیم فلوراید (CaF₂) هستند که وقتی به هم اتصال یابند یک ساختار شیشه‌ای مناسب برای تشکیل سمان به وجود می‌آورند. در سیمان‌های گلاس‌آینومر اساس واکنش سخت شدن و تشکیل سمان بر مبنای واکنش اسید-باز است. مکانیزم سخت شدن شامل حل شدن ذرات گلاس و آزاد شدن

خواص و کاربرد بیومواد رخ داده است. به نظر می‌رسد استفاده از این علم در ارتقای خواص سیمان‌های گلاس نیز می‌تواند مفید باشد. هدف از پژوهش حاضر، ساخت و مشخصه‌یابی سیمان‌های گلاس‌آینومر نانوساختار و میکروساختار و ارزیابی خواص زیستی و مکانیکی آن‌ها با یکدیگر است.

مواد و روش‌ها

در این پژوهش، میکروذرات سرامیکی به روش ذوبی ساخته شدند. به منظور سهولت بررسی پودرهای پیش ساز سنتز شده، در ادامه متن به ترتیب از علائم اختصاری nGIC (گلاس‌آینومر نانومتری) و μ GIC (گلاس‌آینومر میکرومتری) استفاده می‌شود.

مواد اولیه استفاده شده برای تهیه جزء سرامیکی μ GIC شامل اکسید آلومینیم (Al_2O_3)، اکسید سیلیسیم (SiO_2)، فلوراید استرانسیم (SrF)، فسفات آلومینیم ($AlPO_4$) و فلوراید کلسیم (CaF_2) با میزان خلوص ۹۹/۸ درصد بود که همگی ساخت شرکت Merck آلمان بودند. در ابتدا درصدهای وزنی تعیین شده‌ای از اکسیدهای مذکور برای ساخت جزء سرامیکی سمان گلاس‌آینومر، تهیه و جهت یکنواخت شدن پودرها در یک آسیاب گلوله‌ای ماهواره‌ای با گلوله‌های آلومینایی (Planetary Ball Mill, Fara Pajouhesh CO, FP2) مخلوط شدند. سپس مقدار تعیین شده از مواد اولیه وارد کوره ذوب الکتریکی (Exciton, 1500, 2l) شد و تا رسیدن به محدوده دمایی ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد به مدت سه ساعت با سرعت پنج درجه سانتیگراد بر دقیقه حرارت داده شد. در این پژوهش، برای ذوب مواد اولیه از بوتله آلومینایی استفاده گردید. از ذوب مواد کریستالی مذکور در ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد شیشه مذاب حاصل شد. این شیشه در دمای محیط خنک شد و به مدت پنج ساعت در یک آسیای

بدین جهت پیشرفت پوسیدگی در نسج دندان مجاور را مهار می‌کنند.^(۹) در واقع می‌توان گفت قابلیت آزادسازی فلوراید و باند حقیقی شیمیایی و باند میکرومکانیکال آن‌ها با دندان دو ویژگی اصلی است که انتخاب این سمان را در بیماران با ضایعات پوسیدگی متعدد و ریسک بالا و نیز ترمیم ضایعات سرویکال مطرح می‌نماید.^(۱۰) از سمان گلاس‌آینومر به عنوان یک ماده ترمیمی و یا در زیر پرکردگی‌های دیگر، به عنوان عایق و محافظت‌کننده از بافت دندان استفاده می‌شود. با توجه به این که این سمان از خود فلوراید آزاد می‌کند از ایجاد پوسیدگی مجدد در دندان تا حد زیادی پیشگیری می‌شود.^(۱۱،۱۲) از دیدگاه کلی می‌توان بیان کرد که گلاس‌آینومرها، عموماً برای ترمیم ساختارهای دندانی در دندانپزشکی کلینیکی به طور گسترده استفاده می‌شوند. به غیر از دندانپزشکی، سمان گلاس‌آینومر برای کاربردهایی که نیازمند زیست سازگاری خوبی هستند مورد استفاده قرار می‌گیرد.^(۱۳) در سال‌های اخیر گلاس‌آینومر به عنوان ماده‌ای برای استفاده در سیمان‌ها در جراحی‌های ترمیم استخوان پیشنهاد شده است.^(۳) همچنین برای تثبیت کاشتنی حلزون گوش و برای ترمیم عیوب جمجمه نیز از سمان گلاس استفاده شده است.^(۱۳) همچون سایر مواد دندانی سیمان‌های گلاس‌آینومر هم دارای ضعف‌هایی هستند که عمدتاً شامل حساسیت به رطوبت و استحکام اولیه پایین است. تلاش‌هایی جهت بهبود خصوصیات سیمان‌های گلاس‌آینومر اولیه و رفع ضعف‌های فوق انجام شده است. این تلاش‌ها شامل تغییراتی در ساختار پودر گلاس‌آینومر و پلی‌اکریلیک اسید می‌باشد که در نتیجه تفاوت‌های واضحی در ترکیب شیمیایی و ویژگی‌های فیزیکی و روش کاربرد انواع مواد تجاری ایجاد شده است.^(۱۴) با ظهور و گسترش فن آوری نانو، جهش چشمگیری در

خشک کن (Oven, Hoshmand, bn55) خشک شد و سپس در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد برای دو ساعت با استفاده از یک کوره الکتریکی تحت عملیات حرارتی قرار گرفت. برای آماده‌سازی سیمان‌ها ابتدا پودرهای سرامیکی روی اسلب سرد توزیع گردیدند. سپس در ابتدا نیمی از پودرهای توزیع شده، به آرامی وارد مایع پلیمری (محلول‌های آبی ۴۵ تا ۵۰ درصد وزنی پلی‌اکریلیک اسید و ۱۰ درصد وزنی اسید تارتاریک) شدند و به سرعت در زمان ۲۰ ثانیه مخلوط شدند. سپس، قسمت دوم پودرها، به طور کامل وارد مخلوط شدند.

جهت نمونه‌سازی برای انجام آزمون‌های استحکام فشاری، پودرهای حاصل با مایع پلیمری با نسبت ۱/۵ به ۱ (پودر به مایع) در دمای اتاق مخلوط و درون قالب‌های استوانه‌ای به قطر ۴ و ارتفاع ۶ میلی متر (ابعاد هر یک از نمونه‌ها جهت آزمون فشار بر اساس استاندارد BS6039: 1981، ۶×۴mm² در نظر گرفته شد) ریخته شدند. ۵ نمونه برای تست فشاری آماده شد. تحلیل آماری داده‌ها با استفاده از آزمون *t* انجام شد. مقدار *P* کمتر از ۰/۰۵ معنی‌دار تلقی شد.

ساختار فازی و شیشه‌ای پودرهای گلاس‌آینومر به کمک آزمون پراش پرتو ایکس (XRD, Philips Xpert) مورد بررسی قرار گرفت. از آنالیز عنصری فلورسانس پرتو ایکس (XRF, Bruker, S4PIONEER, Germany) به منظور تأیید حضور اکسیدها در ترکیب نهایی پودرهای گلاس‌آینومر مطابق درصد وزنی مورد نظر بهره گرفته شد. برای مطالعه و بررسی اندازه، مورفولوژی و ریزساختار پودر سیمان گلاس‌آینومر از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM, Seron Technology, AIS2100) استفاده شد. در نهایت برای ارزیابی و تأیید زیست فعالی پودرهای گلاس‌آینومر تولید شده، ذرات پودری سیمان گلاس در

گلوله‌ای-سیاره‌ای (Fretch Pulverisette-5) با محفظه‌های زیرکونیایی مقاوم به ساییش با رعایت پارامترهایی نظیر نسبت گلوله به پودر (وزن گلوله‌ها نسبت به وزن پودر)، تعداد گلوله و سرعت چرخش تحت عملیات خردایش قرار گرفتند. پودر به دست آمده از این مرحله، از یک الک با توری ۲۰۰ مش (معادل ۷۶ میکرون) عبور داده شد تا طبق استاندارد ASTM به عنوان یک پودر شیشه‌ای تعریف شود.^(۱۶)

در این پژوهش، نانوذرات سرامیکی سمان گلاس‌آینومر به روش سل-ژل ساخته شدند. برای سنتز جزء سرامیکی nGIC، تترا اتوکسی سیلان (TEOS, Aldrich, 99.9% و نیترات آلومینیوم نه آبه (Aldrich, 99.9%) و نیترات (Al(NO₃)₃.9H₂O, Merck, Germany, 99.9%)، کلسیم چهار آبه (Ca (NO₃)₂ 4H₂O, Merck, Germany, 99.9%)، نیترات سدیم (NaNO₃, Merck, Germany, 99.9%)، اسید فلئوئوروسیلیسیک (H₂SiF₆, Merck, Germany, 99.9%) و تری اتیل فسفات (C₈H₁₅O₄P, Merck, Germany, 99.9%) استفاده شد. به منظور تهیه نانوپودر nGIC براساس فرآیند سل-ژل، ابتدا TEOS در اتانول با استفاده از همزن مغناطیسی و در دمای اتاق به مدت یک ساعت، هیدرولیز شد. پس از آن محلول تری اتیل فسفات به آرامی به ترکیب فوق اضافه گردید. آنگاه نمک‌های آلومینیوم، کلسیم و استرانسیم حل شده در آب مقطر به صورت قطره قطره به محلول TEOS هیدرولیز شده، اضافه شدند. پس از ۳۰ دقیقه هم زدن مداوم، اسیدفلئوئوروسیلیسیک به آرامی به محلول اضافه شد. سپس دمای محلول تا ۸۰ درجه سانتی گراد بالا رفت و هم‌زدن مداوم تا جایی ادامه یافت تا محلول به ژل با گرانیوی زیاد تبدیل شد. به منظور به دست آوردن نمونه پودری، ابتدا ژل در دمای ۸۰ درجه سانتی گراد در

جدول ۲: درصد وزنی ترکیبات nGIC

درصد وزنی	ترکیب
۲۶/۳۲	SiO ₂
۲۹/۸۳	Al ₂ O ₃
۲۲/۱۳	CaO
۱۰/۱۰	SrO
۴/۰۳	F
۷/۵۹	LOI*

تصاویر گرفته شده به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی از ذرات جزء سرامیکی سمان μ GIC ساخته شده، در تصویر ۲ و در بزرگنمایی‌های مختلف نشان داده شده است. آنچه که از این تصاویر به خوبی دریافت می‌شود، شکل نامنظم و اندازه کمتر از ۱۰۰ میکرومتری ذرات شیشه است. شکل نامنظم ذرات به دلیل آسیاب کاری ذرات پس از استحصال مذاب منجمد شده است. هرچه زمان این آسیاب کاری بیشتر باشد، اندازه ذرات شیشه ریزتر خواهد بود. اندازه کمتر از ۱۰۰ میکرومتر برای ذرات شیشه تولید شده به روش ذوبی، توسط سایر پژوهشگران نیز گزارش شده است.^(۱۶)

تصاویر گرفته شده به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی از نانوذرات پودر پیش ساز nGIC در تصویر ۴ و در بزرگنمایی‌های مختلف نشان داده شده است. در این تصاویر آگلومره شدن ذرات به دلیل کاهش انرژی سطحی کاملاً مشهود است. این امر نشانگر ذات نانومتری ذرات پودر پیش ساز nGIC است.

محلول شبیه‌سازی شده بدن (Simulated Body Fluid, SBF) غوطه‌ور شدند. میزان تشکیل آپاتیت (به عنوان نشانه زیست‌فعال) بر روی پودرهای سمان گلاس‌آینومر پس از ۲۸ روز غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد بررسی و ارزیابی قرار گرفت.

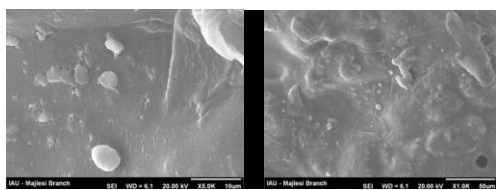
یافته‌ها

در تصویر ۱ الگوی پراش پرتو ایکس دو نمونه میکرو و نانوپودر گلاس‌آینومر سنتز شده به روش سل-ژل و ذوبی پس از ترکیب شدن با مایع پلیمری (پلی‌اکریلیک اسید) نشان داده شده است. همان‌طور که در شکل مشاهده می‌شود در الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌ها هیچ پیک آشکاری ملاحظه نشد.

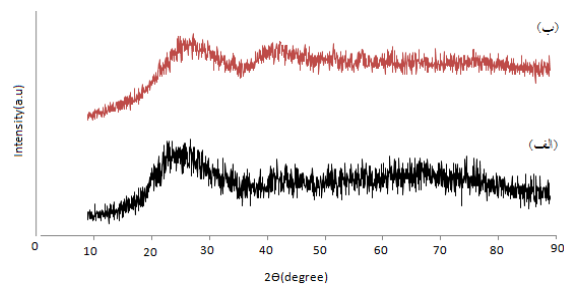
آنالیز عنصری به روش فلورسانس پرتو ایکس بر روی هر دو نمونه پودر گلاس‌آینومر μ GIC و nGIC به منظور تأیید حضور اکسیدها در ترکیب مطابق درصد وزنی مورد نظر، انجام گرفت. نتایج این آزمون در جدول‌های ۱ و ۲ نشان داده شده است.

جدول ۱: درصد وزنی ترکیبات μ GIC

درصد وزنی	ترکیب
۳۹٪	SiO ₂
۲۵/۵٪	Al ₂ O ₃
۱۶/۵٪	AlPO ₄
۱۲٪	CaF ₂
۷٪	SrF

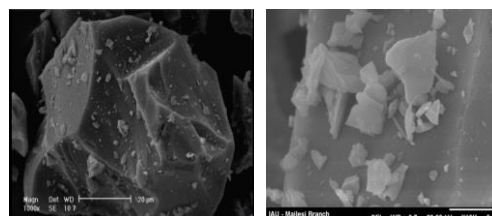


تصویر ۵: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سمان nGIC (پودر مخلوط شده با مایع پلیمری).

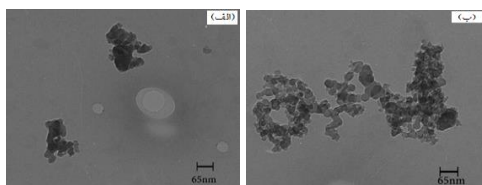


تصویر ۱: طیف‌های آنالیز پراش اشعه ایکس: الف) میکروپودر گلاس آینومر، ب) نانوپودر گلاس آینومر.

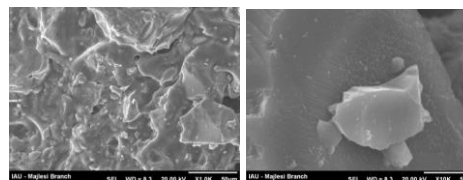
تصویر ۶ تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) از نانوذرات پودر پیش ساز nGIC را نشان می‌دهد. با توجه به تصاویر مشاهده می‌شود که ذرات عمدتاً مورفولوژی شبه کروی داشته و اندازه ذرات پودر پیش ساز تقریباً کمتر از ۷۰ نانومتر می‌باشد.



تصویر ۲: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از میکروذرات μGIC در بزرگنمایی‌های مختلف.

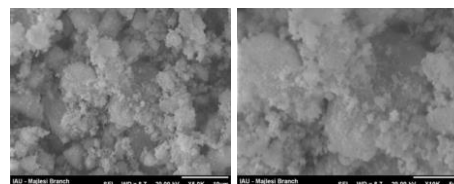


تصویر ۶: تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نانو پودر گلاس آینومر nGIC.

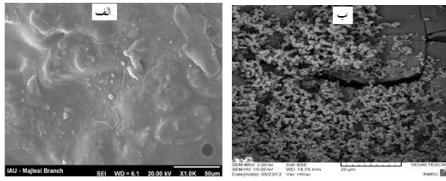


تصویر ۳: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سمان μGIC (پودر مخلوط شده با مایع پلیمری).

نتایج ارزیابی استحکام فشاری سیمان‌های nGIC و μGIC، در جدول ۳ ارائه شده است. همانطور که در جدول ۳ مشاهده می‌شود، سمان nGIC استحکام فشاری بیشتری نسبت به μGIC از خود نشان داد ($P < 0.001$).



تصویر ۴: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نانو پودر سمان nGIC.



تصویر ۸: سطح نمونه سمان nGIC پیش از غوطه‌وری (الف) و پس از غوطه‌وری (ب) در محلول شبیه‌سازی شده بدن.

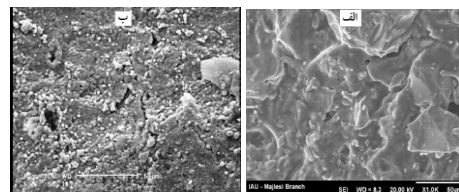
جدول ۳: میانگین و انحراف معیار استحکام فشاری سیمان‌های

گلاس آینومر μ GIC و GICs	
سیمان گلاس آینومر	استحکام فشاری (MPa)
μ GIC	$46/10 \pm 3/39$
nGIC	$82/86 \pm 5/87$

به عنوان یکی از نشانه‌های زیست فعالی، توانایی تشکیل آپاتیت در محلول شبیه‌سازی شده بدن بر روی سطح سیمان‌های μ GIC و nGIC به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بررسی و مقایسه شد و میزان آپاتیت رسوب کرده بر روی سطح نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفت. شایان ذکر است که مقایسه تصاویر میکروسکوپی کاملاً کیفی بوده و میان تصاویر با بزرگنمایی‌های مشابه انجام شده است. سطح نمونه μ GIC پیش از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن، در تصویر ۷-الف نشان داده شده است. تصویر ۷-ب، سطح همان نمونه را پس از ۲۸ روز غوطه‌وری در محلول، نشان می‌دهد.

بحث

نتایج آزمون پراش پرتو ایکس به خوبی نشان داد که پودرهای گلاس آینومر μ GIC و nGIC هر دو ساختار آمورف و بی‌شکل دارند (تصویر ۱). این نتیجه حاکی از تشکیل ساختار شیشه‌ای مورد نظر در پودرهای گلاس آینومر سنتز شده است. نتایج آزمون فلورسانس پرتو ایکس نیز نشان داد که ترکیب شیمیایی جزء سرامیکی سمان μ GIC با تقریب بسیار خوبی مشابه درصد‌های وزنی گزارش شده توسط ویلسون و مک لین^(۱) و همینطور ترکیب شیمیایی جزء سرامیکی nGIC مشابه درصد‌های وزنی گزارش شده توسط برتولینی و همکاران^(۱۷) بود. با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ذرات جزء سرامیکی سمان μ GIC که در تصویر ۲ مشاهده می‌شود، شکل نامنظم ذرات به دلیل آسیاب کاری ذرات پس از استحصال مذاب منجمد شده است. هرچه زمان این آسیاب کاری بیشتر باشد، اندازه ذرات شیشه ریزتر خواهد بود. اندازه کمتر از ۱۰۰ میکرومتر برای ذرات شیشه تولید شده به روش ذوبی، توسط سایر پژوهشگران نیز گزارش شده است.^(۱۶) تصاویر گرفته شده به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی از ساختار شیشه‌ای یکپارچه μ GIC (مخلوط پودر گلاس آینومر با مایع پلیمری (پلی‌اکریلیک اسید)) نشان داد



تصویر ۷: سطح نمونه سمان μ GIC پیش از غوطه‌وری (الف) و پس از غوطه‌وری (ب) در محلول شبیه‌سازی شده بدن.

مشاهده می‌گردد. نتایج آزمون استحکام فشاری نشان داد که سمان nGIC استحکام فشاری بیشتری نسبت به μ GIC داشته است. این نتایج با گزارشات ارائه شده توسط برتولینی و همکاران^(۱۷) تطابق داشت. به نظر می‌رسد تفاوت در اندازه دانه‌های جزء سرامیکی پیش ساز سمان گلاس که متأثر از روش ساخت آن است، دلیل این تفاوت است. نانوذرات گلاس آینومر (nGIC) در طی این پژوهش به روش شیمیایی (سل-ژل) ساخته شد در حالی که ذرات میکرومتری گلاس آینومر (μ GIC) با روش ذوبی به دست آمد. در یک دیدگاه کلی می‌توان بیان کرد که رابطه مهمی بین ترکیبات، ریزساختار و خواص مکانیکی سیمان‌های گلاس آینومر وجود دارد. سمان گلاس آینومر به مثابه یک کامپوزیت زمینه پلیمری است که ذرات سرامیکی درون آن پراکنده شده اند. تأثیر اندازه ذرات بر خواص مکانیکی کامپوزیت توسط پژوهشگران متعددی بررسی شده است^(۱۸) مهمترین نقطه ضعف این نوع کامپوزیت‌ها، شکست آنها درست در فصل مشترک ذره سرامیکی و زمینه پلیمری است. مسلم است ریزی هرچه بیشتر ذرات جزء سرامیکی باعث خواهد شد پذیرش آنها توسط زمینه پلیمری بسیار راحت‌تر صورت گرفته و زمینه پلیمری ذره را به آسانی در میان خود جای داده و ناپیوستگی در فصل مشترک ذره و زمینه حاصل نگردد.^(۱۸) نتیجه این امر، مقاومت بیشتر ماده در برابر نیروهای کششی و فشاری و افزایش استحکام خواهد بود.^(۱۸-۲۰)

نتایج ارزیابی زیست فعالی سیمان‌های گلاس آینومر سنتز شده قبل و بعد از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن (تصاویر ۷ و ۸)، به وضوح نشان داد که سطح نسبتاً صاف و یکنواخت نمونه‌ها پس از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن به صورت متخلخل و غیریکنواخت درآمده است. در واقع با گذشت مدت زمان

که جزء سرامیکی ساخته شده، به خوبی با مایع پلیمری مخلوط شده است و از این جهت استحکام شیشه گلاس آینومر تضعیف نخواهد شد. سطح نسبتاً یکنواخت و یکپارچه μ GIC، به خوبی در تصاویر گرفته شده به کمک میکروسکوپ الکترونی رومیزی ملاحظه می‌شود. این نتایج با گزارشات ارائه شده توسط مشاورنیا و همکاران^(۳) و نورمحمدی و همکاران^(۱۸) تطابق داشت. تصاویر گرفته شده به کمک میکروسکوپ الکترونی رومیزی از نانوذرات جزء سرامیکی nGIC در تصویر ۴ و در بزرگنمایی‌های مختلف نشان داده شده است. همانگونه که در تصاویر آشکار است نانوذرات پیش‌ساز سرامیکی nGIC تمایل به آگلومره شدن دارند. در این تصاویر آگلومره شدن ذرات به دلیل کاهش انرژی سطحی ذرات می‌باشد. به منظور مشاهده و تشخیص اندازه واقعی ذرات لازم است که نتایج میکروسکوپ الکترونی عبوری هم بررسی شود. تصاویر گرفته شده به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از ساختار سمان گلاس آینومر nGIC (مخلوط پودر گلاس آینومر با مایع پلیمری) که در تصویر ۵ مشاهده می‌شود، نشان داد که جزء سرامیکی ساخته شده به خوبی با مایع پلیمری مخلوط شده است. این امر نشانگر ذات نانومتری ذرات پودر پیش ساز nGIC است. آنچه در تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) ذرات جزء سرامیکی سمان nGIC مشاهده شد، مورفولوژی شبه کروی با اندازه ذرات کمتر از ۷۰ نانومتری پودر گلاس بود. تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری پودر پیش‌ساز nGIC نشان می‌دهد که به دلیل کاهش انرژی سطحی ذرات تمایل به چسبیدن به یکدیگر و ایجاد آگلومره را دارند (تصویر ۶-الف). در تصویر ۶-ب اندازه ذرات به خوبی آشکار است، اگرچه باز هم به خاطر کاهش انرژی سطحی، چسبندگی بین ذرات

بافت سخت و استخوان آسیب دیده نیز خواهد شد.

نتیجه گیری

نتایج نهایی این پژوهش نشان داد که گلاس آینومر نانوساختار (nGIC) در مقایسه با گلاس آینومر میکروساختار (μ GIC) استحکام فشاری بالاتر و زیست فعالی مطلوب تری را در محیط شبیه سازی شده بدن نشان می دهد.

تشکر و قدردانی

نویسندگان مقاله مراتب سپاس خود را از دانشکده مهندسی مواد دانشگاه صنعتی اصفهان و دانشکده دندانپزشکی دانشگاه علوم پزشکی اصفهان اعلام می دارند.

غوطه وری، یون های کلسیم از محلول SBF با گروه های Si-OH و COOH موجود در سمان گلاس آینومر پیوند می دهند و کمپلکس های غنی از کلسیم را تشکیل می دهند. در نهایت این کمپلکس ها منجر به تشکیل لایه های خشن آپاتیت بر روی سطح نمونه خواهند شد.^(۲۱) تشکیل لایه های آپاتیت بر روی سطح سمان nGIC (تصویر ۸) به مراتب بیشتر بود. این نتایج با گزارشات ارائه شده توسط نورمحمدی و همکاران^(۲۱) تطابق داشت. سطح ویژه بسیار بالای نانوذرات باعث رهایش بیشتر و سریع تر یون های آپاتیت ساز از سطح سیمان گلاس می شود. این ویژگی باعث گسترش کاربرد سیمان های گلاس آینومر، به ویژه سمان گلاس آینومر nGIC در مصارف ارتوپدی و ترمیم

منابع

1. Dennis S. Development of glass-ionomer cement systems. J Biomater 1998; 19(6): 467-78.
2. Bagheri J. Glass ionomer cements. 1st ed. Mashhad: Imam Reza University; 2004. 89-96. (Persian)
3. Moshaverinia A, Ansari S, Moshaverinia M, Roohpour N, Darr JA, Rehman I. Effects of incorporation of hydroxyapatite and fluoroapatite nanobioceramics into conventional glass ionomer cements. Bio Mater 2008; 4(1): 432-40.
4. Crisp S, Wilson AD. Reaction in glass ionomer cements. Decomposition of the Powder J Dent Res 1974; 53(6): 1408-13.
5. Pearson GJ, Atkinson AS. Long-term flexural strength of glass ionomer cements. J Bio Mater 1991; 12(7): 658-60.
6. Gu YW, Yap AUJ, Cheang P, Khor KA. Effects of incorporation of HA/ZrO₂ into glass ionomer cement (GIC). J Bio Mater 2005; 26(7): 713-20.
7. Choi JY, Lee HH, Kim HW. Bioactive sol-gel glass added ionomer cement for the regeneration of tooth structure. J Mater Sci 2008; 19(10): 3287-94.
8. Doosti A. Fundamental and Clinical Application of Glass Ionomer. 1st ed. Qum: Publication; 1386. P. 12-40.
9. Aranha AMF, Giro EMA, Souza PPC, Hebling H, Costa SAS. Effect of curing regime on the cytotoxicity of resin-modified glass-ionomer lining cements applied to an odontoblast-cell line. J Dent Mater 2006; 22(9): 864-9.
10. Momoi Y, Hirotsuki KA. Flexural properties of resin- modified "Hibrid" glass ionomers in comparison with conventional acid-base glass ionomers. J Dent Mater 1995; 14(2): 109-19.
11. Summit BY, Robbins WJ, Schwartz SR. Fundamentals of Operative Dentistry a Contemporary Approach. 3rd ed. St. Louis: Quintessence Pub 2006. Chapter 5,13.
12. Pinkham JR, Casamassimo PS, Fields HW, Mctigue DJ, Nowak A. Pediatric Dentistry Infancy through Adolescent. 3rd ed. St. Louis: W.B. Saunders Co; 2005. P. 33.
13. Yli-Urpo H, Narhi M, Narhi T. Compound changes and tooth mineralization effects of glass ionomer cements containing bioactive glass (S53P4), an *in vivo* study. J Bio Mater 2005; 26(30): 5934-41.
14. Basiri M. Studing the flexural strength of six glass ionomer cements. J Dent 2007; 20(2): 118-29. (Persian)
15. Khaghani M, Doostmohamadi A, Golniya Z, Monshi A. Preparation physicochemical characterization, and bioactivity evaluation of strontium-containing glass ionomer cement. ISRN Ceramics 2013; 3(1): 1-7.
16. Todo A, Hirasawa M, Kato Sh. Glass powder for dental glass ionomer cement. United States Patent Number: 6, 136, 737.

17. Bertolini MJ, Zaghete MA, Gimenes R. Development of experimental glass ionomer cement containing niobium and fluoride. *J Non Cryst Sol* 2005; 351(3): 3884-7.
18. Moczo J, Pukanszky B. Polymer micro and nanocomposites: Structure, interactions, properties. *J Ind Eng Chem* 2008; 14(3): 535-63.
19. Doostmohammadi A, Monshi A, Salehi R, Fathi MH, Karbasi S, Uwe P, et al. Preparation, chemistry and physical properties of bone-derived hydroxyapatite particles having a negative zeta potential. *Mater Chem Physics* 2012; 132(5): 445-6.
20. Bellucci D, Cannillo V, Sola A. A New highly bioactive composite for bone tissue repair. *Int J App Ceramic Tech* 2011; 22(1): 100-10.
21. Nourmohammadi J, Sadrezaad SK, Behnamghader A. *In vitro* bioactivity of novel cured ionomer cement based on iron oxide. *Ceramics Int* 2010; 36(5): 1645-51.