

ساخت و مشخصه‌یابی نانوکامپوزیت گلاس آینومر- فورستریت و بررسی تأثیر میزان نانوذرات فورستریت بر خواص مکانیکی و زیست فعالی آن

فاطمه سادات سیدان^{*}، محمدحسین فتحی^۱، حسین ادريس^۱، علی دوست محمدی^۲، وجیه السادات مرتضوی^۳، فرزانه شیرانی^۴

۱- گروه پژوهشی بیومواد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

۲- مرکز تحقیقات مواد دندانی، دانشکده دندانپزشکی، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان، اصفهان

۳- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه شهرکرد، شهرکرد

۴- مرکز تحقیقات علوم دندانی ترابی نژاد و گروه ترمیمی، دانشکده دندان پزشکی، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان

(دریافت مقاله: ۱۳۹۲/۰۱/۱۰ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۲/۱۰/۱۸)

چکیده – هدف از اجرای پژوهش حاضر، ساخت نانوکامپوزیت گلاس آینومر- فورستریت و بررسی تأثیر افزودن نانوذرات بیوسرامیک فورستریت به جزء سرامیکی سیمان گلاس آینومر، به منظور ارتقاء خواص مکانیکی و زیست فعالی آن بود. بدین منظور، نانوذرات فورستریت به روش سل- ژل ساخته شد و درصدهای وزنی مختلف آن به جزء سرامیکی سیمان گلاس آینومر تجاری (Fuji II GC) افزوده شد. به منظور شناسایی ساختار فازی و تعیین اندازه دانه پودر فورستریت تولیدی از آزمون پراش پرتو ایکس^۱ استفاده شد. برای بررسی خواص مکانیکی نانوکامپوزیت گلاس آینومر- فورستریت، نمونه‌ها تحت آزمون‌های استحکام فشاری^۲، خمشی به روش سه نقطه ای و کششی قطری قرار گرفتند. تحلیل آماری با استفاده از تحلیل واریانس یک سویه^۳ انجام شد و تفاوت در مقادیر نتایج، در صورتی که $p < 0.05$ بود، از نظر آماری معنا دار در نظر گرفته شد. مورفولوژی سطح شکست نمونه‌ها به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی^۴ بررسی شد. برای ارزیابی زیست فعالی نمونه‌ها، از محلول شبیه سازی شده بدن^۵ (SBF) و آزمون‌های طیف سنجی نشری نوری زوج پلاسمای القایی^۶ (ICP-OES) و فروسرخ^۷ (FTIR) و میکروسکوپ الکترونی روشنی استفاده شد. نتایج آزمون پراش پرتو ایکس، ترکیب فورستریت نانوکربیستالی و خالص را تأیید نمود. بر اساس نتایج آزمون‌های مکانیکی، مقادیر وزنی بهینه نانوذرات فورستریت برای افزایش استحکام فشاری، خمشی و کششی قطری به ترتیب ۱، ۱ و ۱ درصد وزنی به دست آمد. بر اساس مطالعات آماری، اختلاف مقادیر نتایج بین تمامی گروه‌ها معنادار بود ($p < 0.05$). تساوی بر میکروسکوپ الکترونی روشنی نشانی از تشکیل آپاتیت بر سطح نمونه‌ها، پس از غوطه وری در محلول شبیه سازی شده بدن بود. نتایج آزمون‌های طیف سنجی نشری نوری زوج پلاسمای القایی و طیف سنجی تبدیل فوریه فروسرخ نیز زیست فعالی نانوکامپوزیت تولیدی را تأیید نمود. نانوکامپوزیت گلاس آینومر- فورستریت حاوی یک تا سه درصد وزنی نانوذرات فورستریت، به دلیل بهبود خواص مکانیکی و افزایش زیست فعالی می‌تواند گزینه مناسبی برای کاربردهای دندانپزشکی و ارتودنسی باشد.

واژگان کلیدی: سیمان گلاس آینومر، نانوذرات فورستریت، سل- ژل، خواص مکانیکی، زیست فعالی.

* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: f.sayyedan@ma.iut.ac.ir

Synthesis and Characterization of Glass Ionomer–Forsterite Nanocomposites and Study of the Effect of Adding Forsterite Nanoparticles on Mechanical Properties and Bioactivity

F.S. Sayyedian¹, M.H. Fathi^{1,2}, H. Edris¹, A. Doostmohamadi³, V.S., Mortazavi⁴, F. Shirani⁴

1- Biomaterials Research Group, Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran.

2- Dental Materials Research Center, Isfahan University of Medical Science, Isfahan, Iran.

3- Department of Materials Engineering, Shahrood University, Shahrood, Iran.

4- Torabinejad Dental Research Center and Department of Operative Dentistry, School of Dentistry, Isfahan University of Medical Science, Isfahan, Iran.

Abstract: The objective of this study was to synthesize glass ionomer–forsterite nanocomposite and study the effect of incorporating forsterite nanoparticles to the ceramic part of glass ionomer cement in order to improve mechanical properties and bioactivity. So, Forsterite nanoparticles were made by the sol-gel process using different weight percentages added to the ceramic part of commercial GIC (Fuji II GC). X-ray diffraction (XRD) was used in order to characterize and determine grain size of the produced forsterite nanopowder. In order to study the mechanical properties of the produced glass ionomer cement-forsterite nanocomposite, the compressive strength (CS), three-point flexural strength (FS) and diametral tensile strength (DTS) of specimens were measured. Statistical analysis was done by one Way ANOVA and differences were considered significant if $P<0.05$. The morphology of fracture surface of specimens was studied using scanning electron microscopy (SEM) technique. Bioactivity of specimens was investigated by Fourier transitioned-infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy (SEM), and Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES). The results of XRD analysis confirmed the nanocrystalline and pure forsterite synthesis. According to the mechanical properties measurements, the optimum weight percentages of forsterite nanoparticles for enhancement of CS, FS, and DTS were obtained equal to 3, 1 and 1 wt.%, respectively. Statistical analysis showed that the differences between all the groups were significant ($P<0.05$). SEM images and results of the ICP-OES and FTIR tests confirmed the bioactivity of the nanocomposite. Glass ionomer-forsterite nanocomposite containing 1 to 3 wt.%-forsterite nanoparticles can be a suitable candidate for dentistry and orthopedic applications due to the improvement of mechanical properties and bioactivity.

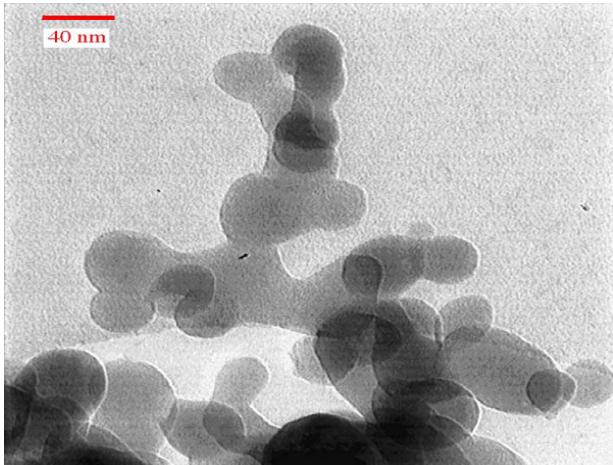
Keywords: Glass ionomer cement, Forsterite nanoparticles, Sol-gel, Mechanical properties, Bioactivity.

چندان مطلوب آنهاست [۲۱و۲۲].

۱- مقدمه

در سال‌های اخیر تلاش‌های زیادی برای بهبود خواص مکانیکی سیمان‌های گلاس آینومر انجام شده است. آریتا و همکارانش [۳] در سال ۲۰۰۳ میلادی گزارش کردند که افزودن هیدروکسی آپاتیت به سیمان گلاس آینومر Fuji IX GP، منجر به افزایش استحکام خمی سیمان آینومر شود. یاماگوتو و همکارانش [۴] در سال ۲۰۰۹ میلادی تأثیر افزودن نانوذرات هیدروکسی آپاتیت به سیمان گلاس آینومر Fuji IX GP را بررسی نمودند. آن‌ها نتیجه گرفتند که سیمان گلاس آینومر در حضور نانوذرات هیدروکسی آپاتیت، استحکام فشاری بالاتری را نسبت به گروه کنترل از خود نشان می‌دهد. سامیت و همکارانش [۵] در سال ۲۰۱۲ میلادی گزارش کردند که افزودن نانوذرات کریستالی کلسیم به سیمان

سیمان‌های گلاس آینومر که از یک پودر شیشه‌ای فلورورآلومینوسیلیکات کلسیم و یک محلول آبی اسید پلی اکریلیک تشکیل شده‌اند، جذابیت کلینیکی دارند و در دسته مواد ترمیم کننده دندانی جای می‌گیرند. این سیمان‌ها به علت داشتن خواص منحصر به فرد به عنوان مواد چسبنده و ترمیم کننده مفید مورد استفاده قرار می‌گیرند. از جمله این خواص می‌توان به خاصیت ضد پوسیدگی به دلیل آزاد کردن فلوراید، سازگاری گرمایی با مینای دندان به دلیل دارا بودن ضربی انساط گرمایی مشابه با ساختار دندان، حلایت کم، ضربی کشسانی مشابه عاج دندان، قابلیت پیوند شیمیایی با بافت دندان، زیست سازگاری و عدم بروز حساسیت پس از ترمیم اشاره نمود. در کنار این مزایا، محدودیت اصلی سیمان‌های گلاس آینومر، خواص مکانیکی نه



شکل ۱- تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری نانوپودر فورستریت پس از عملیات کلسینه کردن در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد [۹].

کاربرد این سیمان‌ها در دندانپزشکی و ارتودنسی به دلیل بهبود خواص مکانیکی و افزایش زیست فعالی از دستاوردهای مهم این پژوهش است. بدین منظور نانوذرا فورستریت به روش سل-ژل ساخته و در درصد های وزنی مختلف به جزء سرامیکی سیمان گلاس آینومر تجاری افزوده شد و تحت آزمون های مکانیکی (فشار، خمش و کشش) و زیست فعالی قرار گرفت.

۲- مواد و روش پژوهش

۱-۱- ساخت و مشخصه‌یابی نانوپودر فورستریت به روش سل-ژل برای ساخت پودر فورستریت به روش سل-ژل مطابق شیوه پژوهش خرازیها و همکاران عمل شد [۹]. به این خاطر ابتدا محلول نیترات منیزیم آبدار در ۵۰ میلی لیتر آب مقطر تهیه شد. سپس اکسید سیلیسیم کلوییدی با نسبت مولی منیزیم به سیلیسیم $Mg:Si=2:1$ ، به آن اضافه شد و همگن سازی با همزن مغناطیسی انجام شد. پودر ساکارز به نسبت مولی ساکارز به یون منیزیم $1:4$ در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل و به محلول فوق اضافه شد. بعد از دو ساعت همگن سازی با همزن مغناطیسی و تحت شرایط دمای محیط، محلول پلی وینیل الكل در ۲۰

گلاس آینومر Fuji II GC، منجر به افزایش استحکام فشاری سیمان می‌شود.

فورستریت با فرمول شیمیایی Mg_2SiO_4 یکی از سرامیک‌های مهم است که به گروه الین‌ها تعلق دارد [۶]. نی ۲۰۰۷ میلادی، فورستریت را به عنوان یک بیوسرامیک معرفی کردند. آن‌ها پیشنهاد کردند که سرامیک فورستریت با توجه به زیست سازگاری و خواص مکانیکی خوب می‌تواند گزینه مناسبی برای کاربردهای ارتودنسی و به خصوص کاشتنی‌های تحت بار باشد. نی نشان داد که فورستریت درشت دانه در محیط بدن زیست سازگار است و بنابراین می‌تواند برای ترمیم بافت‌های استخوان مناسب باشد. با این وجود، نتایج آزمون بررسی زیست فعالی نشان می‌دهد که فورستریت درشت دانه زیست فعال نیست، بنابراین قابلیت اتصال با بافت استخوانی را ندارد [۷]. پس برای رفع این مشکل پژوهش‌های جدیدی در این زمینه صورت پذیرفت. پژوهش‌ها نشان داد که فورستریت نانومتری به دلیل انژری سطحی بالاتر و تمایل به انجام واکنش بیشتر که به طبیعت نانومتری آن بر می‌گردد، برخلاف فورستریت درشت دانه، خاصیت زیست فعالی دارد و خواص مکانیکی بالاتری را نسبت به هم نوع درشت دانه خود نشان می‌دهد [۸].

در پژوهش حاضر، نانوذرات فورستریت به روش سل-ژل ساخته شد. خرازیها و همکارانشان [۹] در پژوهشی نانوذرات فورستریت را به روش سل-ژل تهیه کردند و تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری نانوذرات تولیدی را مطابق با شکل (۱) به دست آوردند و اندازه ذرات نانوپودر فورستریت تولید شده به روش سل-ژل را در محدوده $45-25$ نانومتر گزارش نمودند.

هدف از پژوهش حاضر، ساخت و مشخصه‌یابی نانوکامپوزیت گلاس آینومر- فورستریت و بررسی تأثیر افزودن نانوذرات فورستریت به جزء سرامیکی سیمان گلاس آینومر، برای بهبود خواص مکانیکی و زیست فعالی آن است. گسترش

یک و نحوه اختلاط، مطابق با دستورالعمل کارخانه سازنده رعایت شد. پس از اختلاط پودر و مایع، نمونه‌ها به درون قالب آلومینیومی انتقال یافتند. پس از یک ساعت نمونه‌ها از قالب خارج و برای اجرای آزمون‌ها آماده شدند.

۳-۲- ارزیابی خواص مکانیکی نانوکامپوزیت گلاس آینومر- فورستریت

برای انجام آزمون استحکام فشاری، پنج نمونه استوانه‌ای شکل با قطر $4 \pm 0,1$ میلی متر و ارتفاع $6 \pm 0,1$ میلی متر مطابق استاندارد ISO 9917-1 تهیه شد. هر کدام از نمونه‌ها در محل مخصوص خود در دستگاه قرار داده شد، به نحوی که نیرو در راستای محور طولی با سرعت $0,5$ میلی متر بر دقیقه به نمونه وارد شود. پس از پایان آزمون، حداکثر نیروی وارد برای شکست نمونه‌ها ثبت و استحکام فشاری از رابطه (۱) محاسبه شد:

$$C = \frac{4P}{\pi d^2} \quad (1)$$

که در این رابطه، C استحکام فشاری بر حسب مگاپاسکال، P حداکثر نیروی شکست بر حسب نیوتون و d قطر نمونه بر حسب میلی متر می‌باشد.

برای انجام آزمون استحکام خمی بروش سه نقطه‌ای^{۱۳}، پنج نمونه با ابعاد $(2 \pm 0,1) \times (2 \pm 0,1) \times (25 \pm 2)$ میلی متر مکعب مطابق استاندارد ISO 4049 تهیه شد. هر کدام از نمونه‌ها در محل مخصوص خود در دستگاه قرار داده شد، به نحوی که نیرو در راستای عمود بر محور طولی با سرعت $0,5$ میلی متر بر دقیقه به نمونه وارد شود. پس از پایان آزمایش، حداکثر نیروی وارد برای شکست نمونه‌ها ثبت و استحکام خمی از رابطه (۲) محاسبه شد:

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2} \quad (2)$$

که در این رابطه، σ استحکام خمی بر حسب مگاپاسکال، F حداکثر نیروی شکست بر حسب نیوتون و l، b و h به ترتیب فاصله بین دو تکیه گاه، عرض و ارتفاع نمونه بر حسب

میلی‌لیتر آب مقطر با نسبت مولی یون منیزیم به پلی وینیل الکل:۸/۰ تهیه و به محلول فوق اضافه شد. به دنبال آن pH محلول با استفاده از اسید نیتریک در حدود یک تنظیم شد. محلول فوق به مدت دو ساعت در دمای محیط و دو ساعت در دمای ۸۰ درجه سانتی گراد توسط همزن مغناطیسی مخلوط شد. در ادامه، عملیات پیرسازی تحت شرایط دمای محیط به مدت ۲۴ ساعت انجام شد. ژل حاصل در دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد به مدت زمان لازم تحت عملیات خشک کردن روی گرم کن قرار گرفت تا رنگ محلول از رنگ مات به زرد و در ادامه به قهوه ای تغییر یابد و در نهایت به ژل خشک حجیم قهوه ای رنگ تبدیل شود. پودر حاصل در یک کوره قابل برنامه‌ریزی به طور هم دما در دمای ۸۰ درجه سانتی گراد و به مدت دو ساعت کلسینه شد تا محصول نهایی حاصل شود.

برای بررسی ساختار فازی و تعیین اندازه دانه پودر فورستریت تهیه شده به روش سل- ژل، آزمون پراش پرتو ایکس (Philips X'Pert-MPD System) انجام شد. الگوهای پراش پرتو ایکس با استفاده از لامپ CuKα با طول موج $\lambda = 1,542 \text{ Å}^0$ در بازه $20^\circ < 2\theta < 80^\circ$ و اندازه گام $0,05^\circ$ درجه و زمان بر گام $1/25$ ثانیه به دست آمد. پیک‌های حاصل از الگوی پراش پرتو ایکس پودر فورستریت تولیدی، با کارت‌های استاندارد JCDPS^{۱۰} مقایسه شد [۱۰]. از روش شرر^{۱۱} برای تعیین اندازه کریستالیت^{۱۲} پودر فورستریت تولیدی استفاده شد.

۲-۲- ساخت نمونه‌های نانوکامپوزیت گلاس آینومر- فورستریت

سیمان گلاس آینومر تجاری Fuji II GC، محصول شرکت Corporation GC ژاپن خریداری شد. به منظور آماده سازی نانوکامپوزیت گلاس آینومر- فورستریت، نمونه‌هایی در پنج گروه حاوی $0,1, 2, 3$ و 4 درصد وزنی فورستریت تهیه شد. نانوذرات فورستریت و پودر گلاس آینومر به مدت 30 ثانیه در آمالگاماتور مخلوط شدند. نسبت پودر به مایع برابر با $2/7$ به

شد. برای تعیین رفتار زیست فعالی نمونه‌ها، در بازه‌های زمانی یاد شده، تغییرات غاظت یون کلسیم در محلول شبیه سازی شده بدن پس از خروج نمونه‌ها با استفاده از آزمون طیف سنجی نشـری نـوری زوج پلاسـمای القـای (ICP-OES، Perkin Elmer) اندازه گیری شد. این کار در مورد محلول شبیه سازی شده بدن اولیه نیز به عنوان نمونه شاهد انجام شد. برای بررسی پیوندها و بینانهای موجود در نمونه‌ها، قبل و بعد از قرار گرفتن در محلول شبیه سازی شده بدن، از روش طیف سنجی تبدیل فوریه فروسرخ (FTIR) (100 MB و ۲ cm⁻¹) در محدوده ۴۰۰-۴۰۰۰ cm⁻¹ و با نرخ روبش (Bomem استفاده شد. بررسی و مشاهده مورفولوژی آپاتیت‌های تشکیل شده در سطح نمونه‌ها به وسیله میکروسکوپ الکترونی رویشی (S360 و Cambridge) انجام شد.

۵- تحلیل آماری

برای مشخص شدن این امر که بین گروه‌های آماری مورد مطالعه، تفاوت معنا داری وجود دارد یا خیر، تحلیل آماری با استفاده از تحلیل واریانس یک سویه انجام و تفاوت‌ها (در صورتی که $P < 0.05$) از نظر آماری معنادار در نظر گرفته شد.

۳- یافته‌ها و بحث

۱-۳- ارزیابی ساختاری پودر فورستریت

الگوی پراش پرتو ایکس نانوپودر فورستریت پس از عملیات کلسینه کردن در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد در شکل (۲) نشان داده شده است. همان گونه که مطابق با پژوهش خرازی‌ها و همکاران [۹] انتظار می‌رفت، نتایج به دست آمده از مطالعات فازی پودر تولید شده به خوبی نشان می‌دهد که محصول فرایند سل - ژل، ترکیب فورستریت نانوکریستالی و خالص است. اندازه کریستالیت پودر فورستریت با استفاده از روش شرر در محدوده ۳۰-۲۰ نانومتر محاسبه شد.

میلی‌متر است.

برای انجام آزمون استحکام کششی قطری^{۱۴}، پنج نمونه دیسکی شکل با قطر ۱ ± ۰.۱ میلی‌متر و ضخامت ۰.۱ ± ۰.۱ ANSI/ADA 66 تهیه شد. هر کدام از نمونه‌ها در محل مخصوص خود در دستگاه قرار داده شد، به شکلی که نیرو در راستای قطر نمونه‌ها با سرعت ۰.۵ میلی‌متر بر دقیقه به نمونه وارد شود. پس از پایان آزمایش، حداکثر نیروی وارد برای شکست نمونه‌ها ثبت و استحکام کششی قطری از رابطه (۳) محاسبه شد:

$$DT = 2P/\pi dt \quad (3)$$

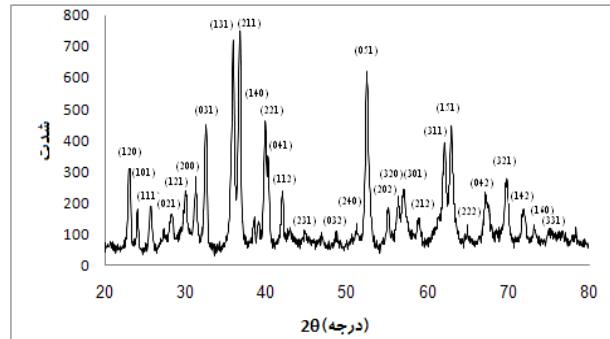
که در این رابطه، DT استحکام کششی قطری بر حسب مگاپاسکال، P حداکثر نیروی شکست بر حسب نیوتون و d و t به ترتیب قطر و ضخامت نمونه بر حسب میلی‌متر است. در هر آزمون مکانیکی، پنج نمونه از هر گروه تحت آزمون‌های مکانیکی با مشخصات دستگاهی (Hounsfield, H25KS, England) قرار گرفتند و نتایج به صورت میانگین و انحراف معیار گزارش شد. پس از پایان آزمون‌های مکانیکی، مورفولوژی سطح شکست نمونه‌ها به وسیله میکروسکوپ الکترونی رویشی (Philips XL30) بررسی شد.

۴-۲- ارزیابی زیست فعالی

برای ارزیابی زیست فعالی و به عبارت دقیق‌تر، قابلیت تشکیل کربنات هیدروکسی آپاتیت در سطح نمونه‌ها، از محلول شبیه سازی شده بدن استفاده شد. محلول شبیه سازی شده بدن بر اساس روشی که کوکوبو در سال ۲۰۰۶ میلادی ارائه کرد، آماده شد [۱۱]. پس از آماده سازی محلول شبیه سازی شده بدن، سه نمونه سیمان گلاس آینومر خالص و سه نمونه کامپوزیتی با سه دوره‌های زمانی ۱، ۳، ۷، ۱۴ و ۲۱ روز درون محلول قرار داده شد. پس از اتمام دوره‌های مذکور، نمونه‌ها از محلول خارج و با آب مقطر شسته و به مدت ۲۴ ساعت در دمای محیط خشک

نتایج آزمون استحکام خمثی نشان داد که سیمان گلاس آینومر حاوی یک درصد وزنی نانوذرات فورستریت دارای بیشترین استحکام خمثی نسبت به نمونه‌های نانوکامپوزیتی با سایر درصدهای وزنی فورستریت می‌باشد، به گونه‌ای که استحکام خمثی از ۵۲/۴ مگاپاسکال به ۹۳/۷ مگاپاسکال افزایش یافته است که این امر به معنای ۷۸/۸ درصد افزایش در استحکام خمثی می‌باشد. همچنین افرودن نانوذرات فورستریت در مقادیر کمتر از دو درصد وزنی، تأثیر مخرب و کاهنده ای بر استحکام خمثی سیمان گلاس آینومر نخواهد داشت. با افرودن مقادیر بیش از دو درصد وزنی نانوذرات فورستریت به سیمان گلاس آینومر، استحکام فشاری، کمتر از مقدار استحکام فشاری اولیه خواهد بود.

نتایج آزمون استحکام کششی قطری نشان داد که سیمان گلاس آینومر حاوی یک درصد وزنی نانوذرات فورستریت دارای بیشترین استحکام کششی قطری نسبت به نمونه‌های نانوکامپوزیتی با سایر درصدهای وزنی فورستریت است، به گونه‌ای که استحکام کششی قطری از ۱۰ مگاپاسکال به ۱۳ مگاپاسکال افزایش یافته است که این امر به معنای ۳۰ درصد افزایش در استحکام کششی قطری است. همچنین افزودن نانوذرات فورستریت در مقادیر کمتر از دو درصد وزنی، تأثیر مخرب و کاهنده ای بر استحکام کششی قطری سیمان گلاس آینومر نخواهد داشت. با افزودن مقادیر بیش از دو درصد وزنی نانوذرات فورستریت به سیمان گلاس آینومر، استحکام کششی قطری اولیه خواهد بود. در توجیه بهبود خواص مکانیکی سیمان گلاس آینومر در حضور مقادیر مشخصی از نانوذرات فورستریت، در ابتدا می‌توان به خواص مکانیکی مطلوب نانوذرات فورستریت اشاره نمود [۱۲-۸]. در بسیاری از پژوهش‌هایی که با هدف بهبود خواص مکانیکی یک ماده به انجام رسیده، همواره کامپوزیت کردن آن با ماده دیگری که از خواص مکانیکی مطلوبی برخوردار باشد مشاهده می‌شود [۱۳-۱۵]. از سوی دیگر، افزودن نانوذرات فورستریت به ذرات شیشه‌ای سیمان گلاس



شکل ۲-۲- الگوی پراش پرتو ایکس نانوپودر فورستریت پس از عملیات کلسینه کردن در دمای ۸۰° درجه سانتی گراد (کلیه پیک‌ها مربوط به فورستریت می‌باشد).

۲-۳- بررسی خواص مکانیکی نانوکامپوزیت گلاس آینومر

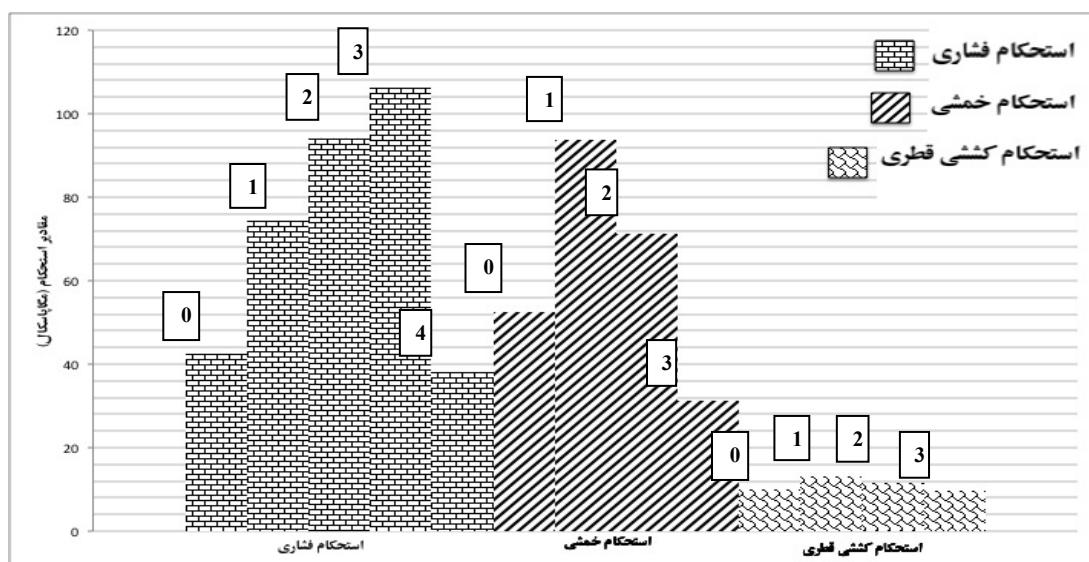
- فورستریت

۱-۲-۳- آزمون استحکام فشاری، خمثی و کششی قطری نتایج حاصل از آزمون استحکام فشاری، خمثی و کششی قطری سیمان گلاس آینومر حاوی درصدهای وزنی مختلف نانوذرات فورستریت در جدول (۱) و شکل (۳) ارائه شده است. نتایج به صورت میانگین و انحراف معیار گزارش شده است. بر اساس مطالعات آماری انجام شده با استفاده از تحلیل واریانس یک سویه، اختلاف مقادیر بین تمامی گروه‌ها از نظر آماری معنادار بود ($P < 0.05$).

نتایج آزمون استحکام فشاری نشان داد که سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانوذرات فورستریت، دارای بیشترین استحکام فشاری نسبت به نمونه‌های نانوکامپوزیتی با سایر درصدهای وزنی فورستریت است، به گونه‌ای که استحکام فشاری از ۴۲/۴ مگاپاسکال به ۱۰۶/۳ مگاپاسکال افزایش یافته است که این امر به معنای ۱۵۰/۷ درصد افزایش در استحکام فشاری است. همچنین افزودن نانوذرات فورستریت در مقادیر کمتر از سه درصد وزنی، تأثیر مخرب و کاهنده ای بر استحکام فشاری سیمان گلاس آینومر نخواهد داشت. با افزودن مقادیر بیش از سه درصد وزنی نانوذرات فورستریت به سیمان گلاس آینومر، استحکام فشاری کاهش می‌یابد.

جدول ۱ - مقادیر استحکام فشاری، خمشی و کششی قطری سیمان گلاس آینومر حاوی درصدهای وزنی مختلف نانوذرات فورسترتیت
(نتایج به صورت میانگین و انحراف معیار گزارش شده است).

درصد وزنی سیمان گلاس آینومر	درصد وزنی نانوذرات فورسترتیت	استحکام فشاری (مگاپاسکال)	استحکام خمشی (مگاپاسکال)	استحکام کششی قطری (مگاپاسکال)
۱۰۰	۰	۵۲,۴ (۱,۳)	۴۲,۴ (۱,۷)	۱۰ (۰,۶)
۹۹	۱	۹۳,۷ (۸,۴)	۷۴,۴ (۳,۲)	۱۳ (۰,۸)
۹۸	۲	۷۱,۱ (۱,۴)	۹۴,۱ (۲,۳)	۱۱,۷ (۰,۲)
۹۷	۳	۳۱,۳ (۱,۵)	۱۰۶,۳ (۶,۹)	۹,۶ (۰,۱)
۹۶	۴	-	۳۸ (۱,۸)	-



شکل ۳ - مقادیر استحکام فشاری، خمشی و کششی قطری سیمان گلاس آینومر حاوی درصدهای وزنی مختلف نانوذرات فورسترتیت
(اعداد بالای هر ستون، درصد وزنی نانوذرات فورسترتیت در نانوکامپوزیت را نشان می‌دهد).

نانوذرات فورسترتیت، ناشی از کاهش نیروهای پیوندی و اتصال دهنده میان جزء سرامیکی و پلیمری سیمان گلاس آینومر است. در واقع حضور ذرات خارجی فورسترتیت از حد مشخصی بالاتر، همانند یک مانع عمل می‌کند و از اتصال کامل اجزای سیمان گلاس آینومر ممانعت به عمل می‌آورد [۱۳ و ۱۴].

با توجه به نتایج جدول (۱)، درصد وزنی بهینه نانوذرات فورسترتیت برای افزایش استحکام فشاری، در محدوده یک تا سه درصد وزنی است. لازم به ذکر است که در کاربردهای

آینومر با اندازه ذرات میکرونی، منجر به توزیع وسیع تر اندازه ذرات در ساختار سیمان شد که این امر، تراکم بالاتر ذرات پودر مخلوط شده با زمینه پلیمری سیمان و به دنبال آن خواص مکانیکی بالاتر سیمان را به همراه داشت. در نتیجه نانوذرات فورسترتیت توانستند فضاهای خالی میان ذرات شیشه ای سیمان گلاس آینومر را اشغال و به عنوان یک ماده تقویت کننده در ترکیب سیمان عمل کنند و بدین ترتیب موجب افزایش استحکام سیمان گلاس آینومر شوند [۸ و ۱۳-۱۵].

کاهش استحکام سیمان در حضور مقادیر بیش از حد

قطري، از سطح شکست سيمان گلاس آينومر فاقد نانوذرات فورستريت (به عنوان نمونه شاهد) پس از اجرای آزمون هاي ياد شده و همچنين سيمان گلاس آينومر حاوي سه درصد وزني نانوذرات فورستريت (نمونه با بيشترین استحکام فشاری در مقایسه با سایر نانوکامپوزیت ها) پس از اجرای آزمون استحکام فشاری و سيمان گلاس آينومر حاوي يك درصد وزني نانوذرات فورستريت پس از اجرای آزمون هاي استحکام خمشي و کششی قطري (به عنوان نمونه هاي با بيشترین استحکام خمشي و کششی قطري) تصاویر ميكروسكوب الکتروني روبيسي گرفته شد. تصاویر ميكروسكوب الکتروني روبيسي مربوط به سطح شکست اين نمونه ها در آزمون هاي مکانيكي در شكل (۳) نشان داده شده است. تركها و حفراتي که در سطوح شکست نمونه ها پس از اجرای آزمون هاي مکانيكي قابل مشاهده است، با پيكان هاي سفيد رنگ در شكل (۴) نشان داده شده است.

سيمان گلاس آينومر فاقد نانوذرات فورستريت، سطح شکست ناظمي را نشان مي دهد و حاوي تعداد زيادي حفره است. اين حفرات طي آزاد شدن ذرات شيشه از سطح شکست سيمان گلاس آينومر ايجاد شده اند. اين امر حاکي از اين واقعيت است که ذرات شيشه اي استحکام پيوند قوي با زمينه پلimeri سيمان نداشته اند. همچنين ذرات شيشه اي بيشتر و به دنبال آن مناطق از هم گستره بيشتر در فصل مشترك ذرات شيشه اي و زمينه پلimeri سيمان به دليل ضعيف بودن فصل مشترك آن ها وجود دارد. اين فصل مشترك، ضعيف ترين جزء در ساختار سيمان گلاس آينومر است که مي تواند به عنوان مرکز تمرکز تنش عمل کند و افت خواص مکانيكي سيمان را به دنبال داشته باشد [۱۸]. بنابراین شکست عمدتاً در فصل مشترك ذرات شيشه اي با زمينه پلimeri سيمان رخ داده است.

سطح شکست سيمان گلاس آينومر حاوي نانوذرات فورستريت هموارتر و داراي حفرات کمتر نسبت به سطح شکست سيمان گلاس آينومر فاقد نانوذرات فورستريت است، چرا که نانوذرات فورستريت در ساختار سيمان گلاس-

ترميم دندانی، بهبود استحکام فشاری از اهميت بيشتری برخوردار است.

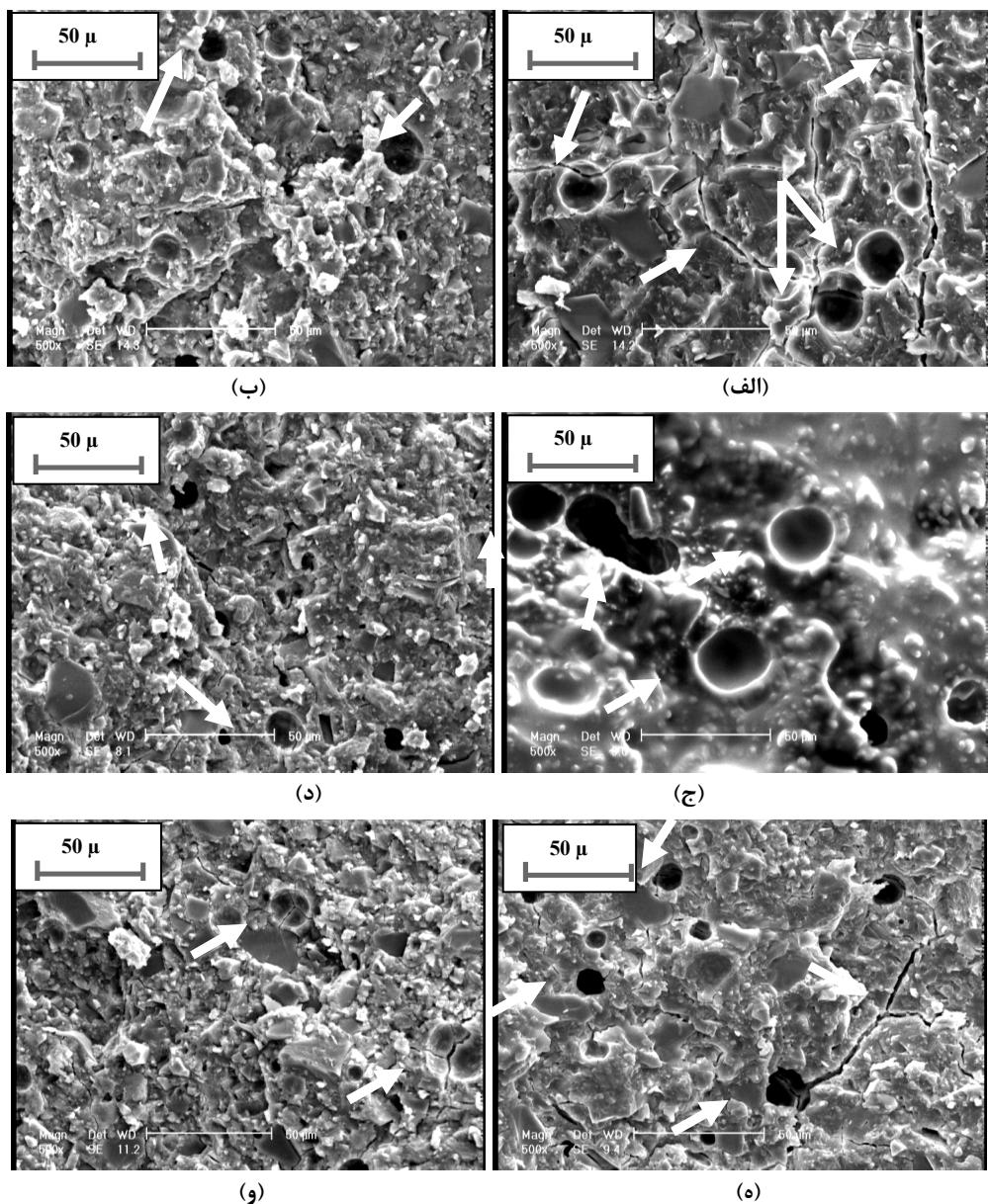
ياب و همکارانش [۱۶] در سال ميلادي ۲۰۰۲، با افزودن چهار درصد حجمي هيدروکسي آپاتيت به سيمان گلاس آينومر Fuji IX GC توانستند استحکام فشاری و کششی قطري سيمان را به ترتيب به ميزان ۳۱ و ۱۵ درصد افزایش دهند.

مشاوري نيا و همکارانش [۱۵] در سال ۲۰۰۸ ميلادي، تأثير افزودن نانوذرات هيدروکسي آپاتيت و فلوئورآپاتيت را بر خواص سيمان گلاس آينومر Fuji II GC به طور جداگانه مورد بررسی قرار دادند. آنها گزارش نمودند که افزودن پنج درصد وزني نانوذرات هيدروکسي آپاتيت به سيمان گلاس آينومر، باعث افزایش ۱۳ درصدی در استحکام فشاری و افزایش ۴۱ درصدی در استحکام کششی قطري، و همچنان افزودن پنج درصد وزني نانوذرات فلوئورآپاتيت به سيمان گلاس آينومر، باعث افزایش ۱۴ درصدی در استحکام فشاری و افزایش ۷۰ درصدی در استحکام کششی قطري سيمان مي شود.

كنجي و همکارانش [۱۷] در سال ۲۰۱۱، با افزودن هشت درصد وزني نانوذرات هيدروکسي آپاتيت به سيمان گلاس آينومر Fuji IX GC توانستند استحکام فشاری و خمشي سيمان را به ترتيب به ميزان ۶ و ۸۳ درصد افزایش دهند.

با مقایسه نتایج آزمون هاي مکانيكي پژوهش حاضر با پژوهش هاي که در بالا به آنها اشاره شد، مي توان به خوبی دریافت، افزودن يك درصد وزني نانوذرات فورستريت به سيمان گلاس آينومر، منجر به افزایش همزمان استحکام فشاری، خمشي و کششی قطري سيمان، به ميزان قابل توجهی مي شود که مي تواند در ترميم هاي دندانی و کاشتنی هاي ارتопدي تحت بار مؤثر واقع شود که از اين ديدگاه، دستاورده چشمگيری در مقایسه با پژوهش هاي قبلی حاصل شده است.

۳-۲-۲- بررسی مورفولوژی سطح شکست نمونه ها پس از اجرای آزمون هاي مکانيكي
با توجه به نتایج آزمون هاي استحکام فشاری، خمشي و کششی



شکل ۴- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به سطح شکست نمونه‌ها در آزمون‌های مکانیکی: (الف) سیمان گلاس آینومر فاقد نانوذرات فورستریت پس از آزمون استحکام فشاری، (ب) سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانوذرات فورستریت پس از آزمون استحکام فشاری، (ج) سیمان گلاس آینومر فاقد نانوذرات فورستریت پس از آزمون استحکام خمی، (د) سیمان گلاس آینومر حاوی یک درصد وزنی نانوذرات فورستریت پس از آزمون استحکام خمی، (ه) سیمان گلاس آینومر فاقد نانوذرات فورستریت پس از آزمون استحکام کششی قدری، (و) سیمان گلاس آینومر حاوی یک درصد وزنی نانوذرات فورستریت پس از آزمون استحکام کششی قدری.

می‌توانند به عنوان مرکز تمرکز تنش عمل کنند. بنابراین هر چه حفرات در ساختار ماده کمتر باشد، تمرکز تنش و به دنبال آن انتشار ترک نیز کاهش می‌یابد که این امر استحکام مکانیکی بالاتر ماده را فراهم می‌سازد [۱۵، ۱۲، ۹، ۸].

آینومر، به عنوان تقویت کننده زمینه، فضاهای خالی میان ذرات شیشه‌ای سیمان گلاس آینومر را اشغال کرده و موجب افزایش استحکام سیمان می‌شود. بسیاری از مواد دندانی ترد نظیر سیمان‌ها، از طریق انتشار ترک شکسته می‌شوند. حفرات

فوق اشباع بودن محلول شبیه سازی شده بدن اطراف خود را افزایش می دهد که این امر تشکیل هیدروکسی آپاتیت بر سطح سیمان را در زمان های بعدی غوطه وری ترغیب می کند. اما این امر به معنای عدم تشکیل هیدروکسی آپاتیت بر سطح سیمان در روز اول غوطه وری نیست. با توجه به مطالعه های انجام شده، گروه های سیلانول (Si-OH) و کربوکسیل (COOH-) بهترین مکانها برای جوانه زنی آپاتیت اند [۲۰ و ۲۱].

پس از غوطه وری سیمان در محلول شبیه سازی شده بدن، هیدروکسی آپاتیت در سطح سیمان به دلیل وجود گروه های سیلانول (Si-OH) موجود در شیشه و کربوکسیل (COOH-) اسید پلیمری ایجاد می شود. از آن جایی که این گروه ها در محیط بدن دارای بار منفی اند [۲۱]، با جذب یون های کلسیم و در نهایت فسفر از محلول، جوانه های هیدروکسی آپاتیت در سطح سیمان ایجاد می شود. با گذشت زمان جوانه های ایجاد شده با جذب یون های کلسیم و فسفر از محیط رشد می کنند.

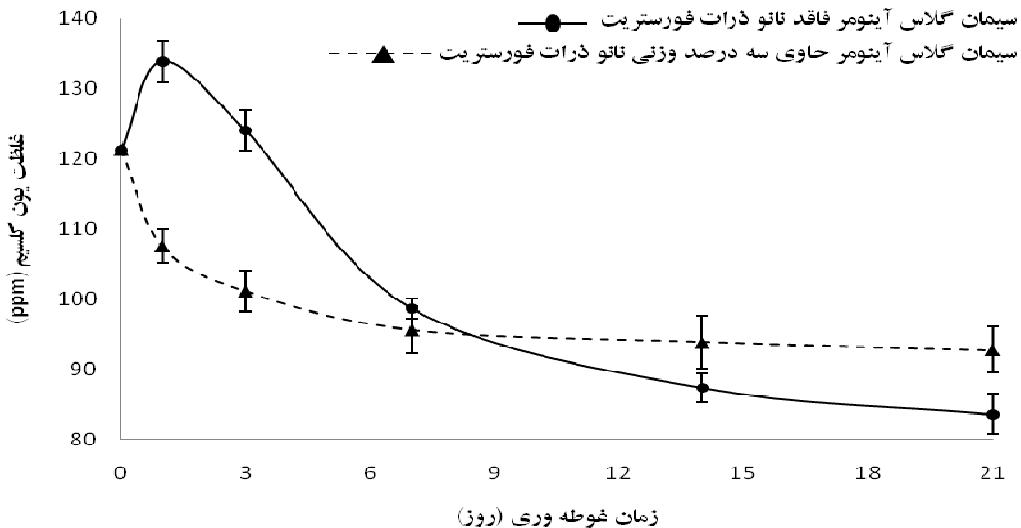
علاوه بر این، انرژی فصل مشترک ذرات شیشه - آپاتیت، پایین تر از انرژی فصل مشترک شیشه - محلول است. با شکسته شدن پیوندهای Si-O-Si یا Si-O-Al ترکیب آبی، ذرات شیشه تمایل به تشکیل یک لایه متخلخل هیدروژل سیلیکا جهت تشکیل لایه آپاتیت دارند. این لایه به عنوان یک مانع نفوذ عمل کرده، سرعت خروج یون را محدود نموده و مکان های ترجیحی برای جوانه زنی آپاتیت را فراهم می کند. از این رو جوانه های آپاتیتی به آسانی بر روی سطوح این شبیه ها تشکیل می شوند و به طور خود به خود با مصرف یون های کلسیم و فسفر از محلول شبیه سازی شده بدن اطراف خود رشد می کنند. تشکیل سریع تر لایه هیدروژل سیلیکا بر سطح شیشه، نشان دهنده انحلال بیشتر یون های سیلیکات در محلول است. در نتیجه جوانه زنی آپاتیت بر روی سطح شیشه می تواند به طور مؤثری توسط هیدروژل سیلیکا در محلولی با درجه فوق اشباع کمتر تحریک شود [۲۲].

در این پژوهش، خواص مکانیکی (استحکام فشاری، خمشی و کششی قطری) نانوکامپوزیت گلاس آینومر-فورستریت بررسی شد. نتایج نشان داد درصد وزنی بهینه نانوذرات فورستریت برای افزایش استحکام فشاری، در محدوده یک تا سه درصد است. لازم به ذکر است که در کاربردهای ترمیم دندانی، بهبود استحکام فشاری از اهمیت بیشتری برخوردار است. بنابراین به دلیل خواص مکانیکی خوب سیمان گلاس آینومر حاوی نانوذرات فورستریت، استفاده از این نانوکامپوزیت در ترمیم های دندانی و کاشتنی های ارتودنسی تحت بار پیشنهاد می شود. اجرای آزمون های آزمایشگاهی زیستی و نیز بررسی های درون بدنی در حیوانات برای تکمیل پژوهش حاضر، در دستور کار و اجرا قرار دارد.

۳-۳- ارزیابی زیست فعالی

۱-۳-۳- تعیین غلظت یون کلسیم محلول شبیه سازی شده بدن شکل (۵) نتایج آزمون طیف سنجی نشری نوری زوج پلاسمای القابی (ICP-OES)، غلظت یون کلسیم را در محلول شبیه سازی شده بدن، برای سیمان گلاس آینومر خالص و همچنین سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانوذرات فورستریت در زمان های مختلف غوطه وری (۰-۲۱ روز) نشان می دهد. بر اساس مطالعه های آماری انجام شده با استفاده از تحلیل واریانس دو طرفه ^{۱۵}، اختلاف بین هر دو گروه از نظر آماری معنادار بود ($p < 0.05$).

غلظت یون کلسیم در محلول، از یک طرف با میزان رهایش آن از سیمان گلاس آینومر و از طرف دیگر توسط تشکیل لایه آپاتیت بر روی سطح سیمان کنترل می شود. این که کدام یک از این دو فرایند از سرعت بالاتری برخوردار باشند، تعیین کننده نحوه تغییرات غلظت یون کلسیم در محلول است. افزایش غلظت یون کلسیم محلول شبیه سازی شده بدن برای سیمان گلاس آینومر خالص در روز اول غوطه وری ناشی از رهایش یون های کلسیم ذرات شیشه ای موجود در سیمان به داخل محلول است. انحلال بیشتر یون های کلسیم از شیشه، میزان



شکل ۵ - نمودار تغییرات غلظت یون کلسیم محلول شبیه سازی شده بدن پس از زمان‌های مختلف غوطه‌وری.

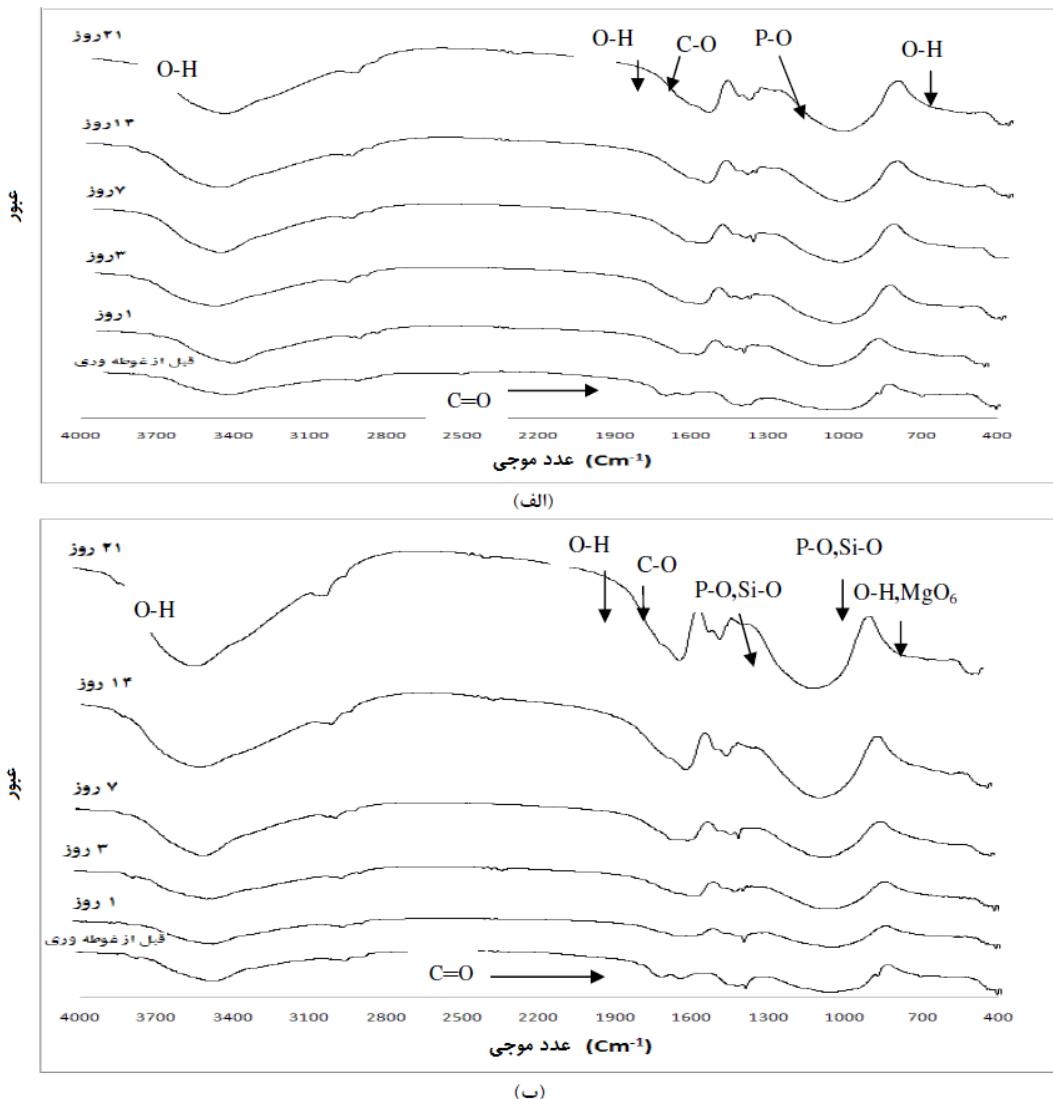
۳۵۰۰، ۳۵۰۰ و ۱۶۲۰ cm^{-1} نیز مربوط به گروه عاملی هیدروکسیل (OH^-) است [۲۴ و ۲۳].

در شکل (۶-ب) نیز مشاهده می‌شود، پیش از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن، طیف به دست آمده برای سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانو ذرات فورستریت، علاوه بر پیک‌های جذبی مخصوص سیمان گلاس آینومر، پیک‌های جذبی مخصوص فورستریت خالص را نیز نشان می‌دهد. پیک‌های مشاهده شده در طول موج‌های محدوده $1100\text{--}950 \text{ cm}^{-1}$ و $600\text{--}500 \text{ cm}^{-1}$ نانوکامپوزیت قبل از غوطه‌وری، مربوط به گروه‌های عاملی فسفات (PO_4^{3-}) در سیمان و SiO_4 در فورستریت است [۲۴، ۲۳، ۱۲]. همچنین پیک مشاهده شده در ناحیه 475 cm^{-1} متعلق به MgO_6 اکتاہدراال در فورستریت است که با پیک 474 cm^{-1} مربوط به گروه عاملی هیدروکسیل تداخل دارد [۱۲]. سایر پیک‌ها در زمان‌های قبل و پس از غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن برای نمونه نانوکامپوزیتی، مشابه با سیمان گلاس آینومر خالص هستند.

پس از غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن، ملاحظه می‌شود که شدت پیک‌های $\text{O}-\text{H}$ ، $\text{P}-\text{O}$ و $\text{C}-\text{O}$ که در ساختار سیمان گلاس آینومر و هیدروکسی آپاتیت مشترک است،

۲-۳-۲-آزمون طیف سنجی تبدیل فوریه فروسرخ شکل (۶)، طیف تبدیل فوریه فروسرخ سیمان گلاس آینومر فاقد نانو ذرات فورستریت و همچنین سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانو ذرات فورستریت، پس از زمان‌های مختلف غوطه‌وری (۰-۲۱ روز) در محلول شبیه سازی شده بدن در دامنه طول موج $4000\text{--}400 \text{ cm}^{-1}$ را نشان می‌دهد.

مطابق با شکل (۶-الف)، پیش از غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن، طیف به دست آمده، پیک‌های جذبی مخصوص سیمان گلاس آینومر خالص را نشان می‌دهد. پیک‌های مشاهده شده در طول موج‌های محدوده $1100\text{--}950 \text{ cm}^{-1}$ و $600\text{--}500 \text{ cm}^{-1}$ سیمان گلاس آینومر خالص قبل از غوطه‌وری، مربوط به گروه عاملی فسفات (PO_4^{3-}) است. همچنین باندهای محدوده $1440\text{--}1335 \text{ cm}^{-1}$ نیز مربوط به ارتعاشات متقارن و نامتقارن گروه عاملی کربنات (COO^-) نمک‌های کربوکسیلیک اسید است. این باندها نشان می‌دهد که واکنش اسید و باز در سیمان در حین اختلاط صورت گرفته است. ارتعاش کششی C=O در گروه کربوکسیل (COOH) در پلی اسید در طول موج 1700 cm^{-1} جذب شده است. پیک‌های مشاهده شده در طول موج‌های



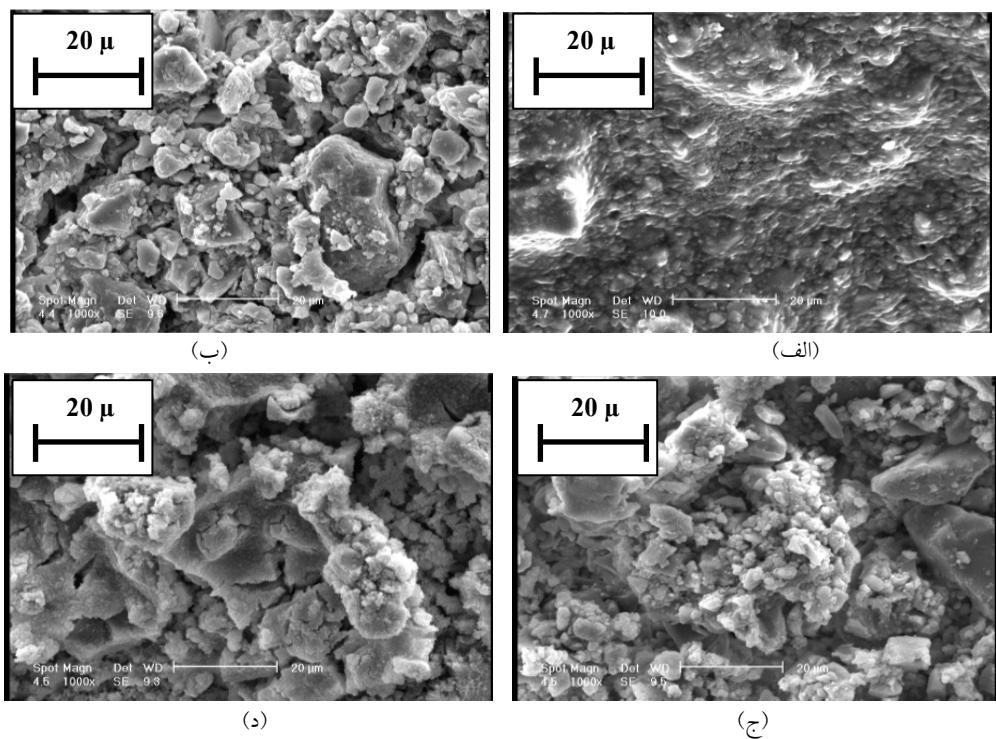
شکل ۶- طیف تبدیل فوریه فروسرخ بعد از زمان‌های مختلف غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن: (الف) سیمان گلاس آینومر فاقد نانو ذرات فورستریت، (ب) سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانو ذرات فورستریت.

گلاس آینومر فاقد نانو ذرات فورستریت و همچنین سیمان آینومر حاوی سه درصد وزنی نانو ذرات فورستریت را بعد از زمان‌های ۱، ۷، ۱۴ و ۲۱ روز غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن نشان می‌دهد.

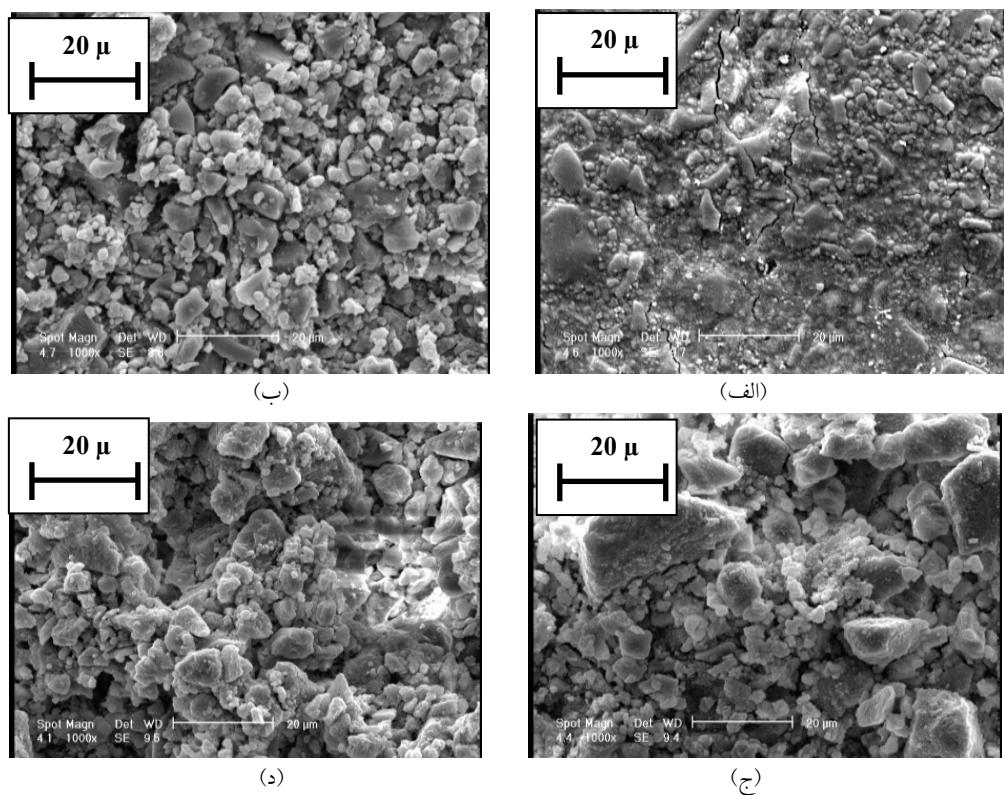
به طور کلی مقایسه تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی شکل‌های (۷) و (۸) نشان می‌دهد در ابتدا جوانه‌های کلسیم فسفاتی در سطح سیمان گستردۀ شده‌اند، به گونه‌ای که با افزایش زمان غوطه‌وری، تراکم این جوانه‌ها در سطح افزایش می‌یابد. سپس این جوانه‌ها به یکدیگر می‌پیونددند و در نهایت

برای هر دو گروه از نمونه‌ها با افزایش زمان غوطه‌وری زیاد می‌شود که این امر به دلیل خاصیت زیست فعالی سیمان گلاس آینومر خالص و همچنین سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانو ذرات فورستریت و در نتیجه تشکیل کربنات هیدروکسی آپاتیت بر سطح آن‌ها است.

۳-۳-۳- بررسی مورفولوژی سطحی نمونه‌ها پس از غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن
شکل‌های (۷) و (۸)، تغییرات مورفولوژی سطحی سیمان



شکل ۷ - مورفولوژی سطحی و تحلیل عنصری با تفکیک انرژی پرتو ایکس سطح سیمان گلاس آینومر فاقد نانو ذرات فورستریت: (الف) قبل از غوطه‌وری و پس از (ب) هفت روز، (ج) ۱۴ روز و (د) ۲۱ روز غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن.



شکل ۸ - مورفولوژی سطحی و تحلیل عنصری با تفکیک انرژی پرتو ایکس سطح کامپوزیت حاوی سه درصد وزنی نانو ذرات فورستریت: (الف) قبل از غوطه‌وری و پس از (ب) هفت روز، (ج) ۱۴ روز و (د) ۲۱ روز غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن.

وزنی نانوذرات فورستریت به سیمان، باعث ۷۸/۸ درصد افزایش در استحکام خمثی و ۳۰ درصد افزایش در استحکام کششی قطری سیمان شد. سیمان گلاس آینومر حاوی یک تا سه درصد وزنی نانوذرات فورستریت، به عنوان نمونه بهینه به دلیل بهبود خواص مکانیکی و افزایش زیست فعالی می‌تواند گزینه مناسبی برای کاربردهای دندانی و ارتقای پدی باشد.

لایه‌ای از هیدروکسی آپاتیت تقریباً تمام سطح را می‌پوشاند.

۴- نتیجه‌گیری

تهیه و مشخصه یابی نانوکامپوزیت سیمان گلاس آینومر-فورستریت انجام و تأثیر افزودن نانوذرات فورستریت بر خواص آن مشخص شد. با افزودن سه درصد وزنی نانوذرات فورستریت به سیمان گلاس آینومر، استحکام فشاری سیمان به میزان ۱۵۰/۷ درصد افزایش یافت. همچنین افزودن یک درصد

واژه‌نامه

- | | | |
|---|---|-----------------------------------|
| 1. X-ray diffraction | 7. Fourier transform- Infra Red | 13. three-point flexural strength |
| 2. compressive strength | 8. step size | 14. diametral tensile strength |
| 3. one way Anova | 9. time per step | 15. two way Anova |
| 4. scanning electron microscopy | 10. joint committee on powder diffraction and standards | |
| 5. simulated body fluid | 11. Scherrer | |
| 6. inductively coupled plasma optical emission spectroscopy | 12. crystallite size | |

مراجع

1. Sasanaluckit, P., Albustany, K.R., Doherty, P.J., William, D.F., "Biocompatibility of Glass Ionomer Cements", *Biomaterials*, Vol. 14, No. 12, p. 906-916, 1993.
2. Xie, D., Brantley, W.A., Culbertson, B.M., Wang, G., "Mechanical Properties and Microstructures of Glass-Ionomer Cements", *Dental Materials*, Vol. 16, pp. 129-138, 2000.
3. Arita, K., Lucas, M.E., Nishino, M., "The Effect of Adding Hydroxyapatite on the Flexural Strength of Glass Ionomer Cement", *Dental Material*, Vol. 22, pp. 126-136, 2003.
4. Yamamoto, A., Arita, K., Lucas, M., Shinonaga, Y., Harada, K., Abe, Y., The Development of a New Hydroxyapatite-Ionomer Cement, 9th World Congress on Preventive Dentistry, Phuket, 2009.
5. Sumit, G., Rajkamal, B., Sampath, T.S., "Effects of Nanocrystalline Calcium Deficient Hydroxyapatite Incorporation in Glass Ionomer Cements", *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Vol. 7, pp. 69-76, 2012.
6. Mcdonell, R.D., Spiers, C.J., Peach, C.J., "Fabrications of Dense Forsterite-Enstatite Poly Crystals for Experimental Studies", *Physics and Chemistry of Minerals*, Vol. 29, PP. 19-31, 2002.
7. Ni, S., Chou, L., Chang, J., "Preparation and Characterization of Forsterite (Mg_2SiO_4) Bioceramics", *Ceramic International*, Vol. 33, PP. 83-88, 2007.
8. Fathi, M.H., Kharaziha, M., "Two-Step Sintering of Dense, Nanostructural Forsterite", *Materials Letters*, Vol. 63, pp. 1455-1458, 2009.
9. Kharaziha, M., Fathi, M.H., "Synthesis and Characterization of Bioactive Forsterite Nanopowder", *Ceramic International*, Vol. 35, pp. 2449-2454, 2009.
10. JCPDS Card No. 34-0189, 1984.
11. Kokubo, T., Takadama, H., "How Useful is SBF in Predicting in Vivo Bone Bioactivity?", *Biomaterials*, Vol. 27, pp. 2907-2915, 2006.
12. Kharaziha M., Fathi, M.H., "Improvement of Mechanical Properties and Biocompatibility of Forsterite Bioceramic Addressed to Bone Tissue Engineering Materials", *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Vol. 3, pp. 530-537, 2010.
13. Moshaverinia, A., Ansari, S., Movasaghi, Z., Billington, R.W., Darr, J.A., Rehman, I.U., "Modification of Conventional Glass-Ionomer Cements with N-Vinylpyrrolidone Containing Polyacids, Nano-Hydroxy and Fluoroapatite to Improve Mechanical Properties", *Dental Materials*, Vol. 24, pp. 1381-1391, 2008.
14. Gu, Y.W., Yap, A.U.J., Cheang, P., Khor, K.A., "Effects of Incorporation of HA/ZrO₂ into Glass

- Ionomer Cement (GIC)", *Biomaterials*, Vol. 26, pp. 713-720, 2005.
15. Moshaverinia, A., Ansari, S., Moshaverinia, M., Roohpour, N., Darr, J., Rehman, I., "Effects of Incorporation of Hydroxyapatite and Fluoroapatite Nanobioceramics into Conventional Glass Ionomer Cements (GIC)", *Acta Biomaterialia*, Vol. 4, pp. 432-440, 2008.
 16. Yap, U.J., Pek, Y.S., Kumar, R.A., Cheang, P., Khor, K.A., "Experimental Studies on a New Bioactive Material: HA Ionomer Cements", *Biomaterials*, Vol. 23, pp. 955-962, 2002.
 17. Kenji, A., Aimi, Y., Yukari, Sh., Keiko H., Yoko, A., Keizo, N., Shigeru, S., "Hydroxyapatite Particle Characteristics Influence the Enhancement of the Mechanical and Chemical Properties of Conventional Restorative Glass Ionomer Cement", *Dental Materials*, Vol. 30, pp. 672-683, 2011.
 18. Nakajima, H., Watkins, J.H., Arita, K., Hanaoka, K., Okabe, T., "Mechanical Properties of Glass Ionomers under Static and Dynamic Loading", *Dental Materials*, Vol. 12, pp. 30-37, 1996.
 19. Li, P., Ohtsuki, C., Kokubo, T., Nakanishi, K., Soga, N., Nakamura, T., Yamamuro, T., "Apatite Formation Induced by Silica Gel in a Simulated Body Fluid", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 8, pp. 2094-2097, 1992.
 20. Tanahashi, M., Matsuda, T., "Surface Functional Group Dependence on Apatite Formation on Self-Assembled Monolayers in a Simulated Body Fluid", *Journal of Biomedical Materials Research*, Vol. 3, pp. 305-315, 1997.
 21. Kawai, T., Ohtsuki, C., Kamitakahara, M., Miyazaki, T., Tanihara, M., Sakaguchi, Y., Konagaya, S., "Coating of an Apatite Layer on Polyamide Films Containing Sulfonic Groups by a Biomimetic Process", *Biomaterials*, Vol. 25, pp. 4529-4534, 2004.
 22. Ohtsuki, C., Kokubo, T., Yamamura, T., "Mechanism of Apatite Formation on CaO-SiO₂-P₂O₅ Glasses in Simulated Body Fluid", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 143, pp. 84-92, 1992.
 23. Socrates, G., *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts*, John Wiley & Sons, Chichester, 2001.
 24. Wiliana, Y., Li, T., Tam, K.C., "Synthesis of Amorphous Calcium Phosphate Using Various Types of Cyclodextrins", *Materials Research Bulletin*, Vol. 42, pp. 820-827, 2007.