

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

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

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

۲- مرکز تحقیقات مواد دندان، دانشکده دندان پزشکی، دانشگاه علوم پزشکی اصفهان، اصفهان

۳- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه شهرکرد، شهرکرد

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

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

چکیده - هدف از اجرای پژوهش حاضر، ساخت نانوکامپوزیت گلاس آینومر- فورستريت و بررسی تأثیر افزودن نانوذرات بیوسرامیک فورستريت به جزء سرامیکی سیمان گلاس آینومر، به منظور ارتقاء خواص مکانیکی و زیست فعالی آن بود. بدین منظور، نانوذرات فورستريت 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 فورستريت تولیدی از آزمون پراش پرتو ایکس^۱ استفاده شد. برای بررسی خواص مکانیکی نانوکامپوزیت گلاس آینومر- فورستريت، 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)، طیف سنجی تبدیل فوریه فروسرخ^۷ (FTIR) و میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. نتایج آزمون پراش پرتو ایکس، ترکیب فورستريت نانوکریستالی و خالص را تأیید نمود. بر اساس نتایج آزمون‌های مکانیکی، مقادیر وزنی بهینه نانوذرات فورستريت برای افزایش استحکام فشاری، خمشی و کششی قطری به ترتیب ۱، ۳ و ۱ درصد وزنی به دست آمد. بر اساس مطالعات آماری، اختلاف مقادیر نتایج بین تمامی گروه‌ها معنا دار بود ($p < 0.05$). تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی حاکی 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- فورستريت حاوی یک تا سه درصد وزنی نانوذرات فورستريت، به دلیل بهبود خواص مکانیکی و افزایش زیست فعالی می‌تواند گزینه مناسبی برای کاربردهای دندانپزشکی و ارتوپدی باشد.

واژگان کلیدی: سیمان گلاس آینومر، نانوذرات فورستريت، 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. Sayyedani¹, 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, Shahrekord University, Shahrekord, 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.*

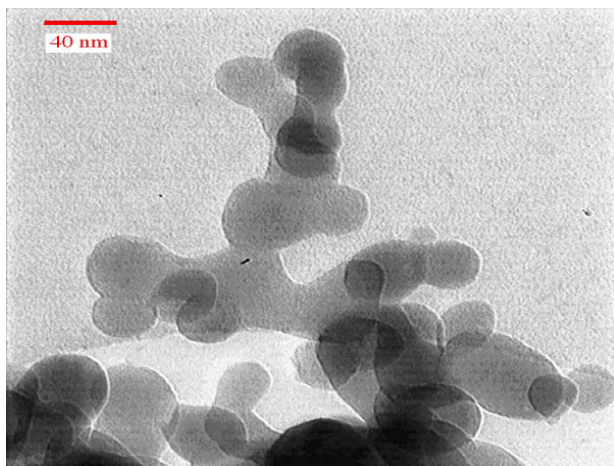
Keywords: *Glass ionomer cement, Forsterite nanoparticles, Sol-gel, Mechanical properties, Bioactivity.*

۱- مقدمه

چندان مطلوب آنها ست [۱و۲].

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 خمشی سیمان می‌شود. یاماموتو 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 فلوئوروآلومینوسیلیکات کلسیم و یک محلول آبی اسید پلی اکریلیک تشکیل شده اند، جذابیت بالایی دارند و در دسته مواد ترمیم کننده دندان‌های 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 ضریب انبساط گرمایی مشابه با ساختار دندان، حلالیت کم، ضریب 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 فورستريت پس از عمليات کلسينه کردن در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد [۹].

کاربرد این سیمان‌ها در دندانپزشکی و ارتوپدی به دلیل بهبود خواص مکانیکی و افزایش زیست‌فعالی از دستاوردهای مهم این پژوهش است. بدین منظور نانوذرات فورستريت به روش سل - ژل ساخته و در درصدهای وزنی مختلف به جزء سرامیکی سیمان گلاس آینومر تجاری افزوده شد و تحت آزمون‌های مکانیکی (فشار، خمش و کشش) و زیست‌فعالی قرار گرفت.

۲- مواد و روش پژوهش

۲-۱- ساخت و مشخصه‌یابی نانوپودر فورستريت به روش سل - ژل

برای ساخت پودر فورستريت 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 ۴:۱ 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 الکل در ۲۰

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

فورستريت با فرمول شیمیایی Mg_2SiO_4 یکی از سرامیک‌های مهم است که به گروه الوین‌ها تعلق دارد [۶]. نی و همکارانش در سال ۲۰۰۷ میلادی، فورستريت را به عنوان یک بیوسرامیک معرفی کردند. آن‌ها پیشنهاد کردند که سرامیک فورستريت با توجه به زیست سازگاری و خواص مکانیکی خوب می‌تواند گزینه مناسبی برای کاربردهای ارتوپدی و به خصوص کاشتنی‌های تحت بار باشد. نی نشان داد که فورستريت درشت دانه در محیط بدن زیست سازگار است و بنابراین می‌تواند برای ترمیم بافت‌های استخوان مناسب باشد. با این وجود، نتایج آزمون بررسی زیست‌فعالی نشان می‌دهد که فورستريت 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 فورستريت نانومتری به دلیل انرژی سطحی بالاتر و تمایل به انجام واکنش بیش‌تر که به طبیعت نانومتری آن بر می‌گردد، بر خلاف فورستريت درشت دانه، خاصیت زیست‌فعالی دارد و خواص مکانیکی بالاتری را نسبت به هم نوع درشت دانه خود نشان می‌دهد [۸].

در پژوهش حاضر، نانوذرات فورستريت به روش سل - ژل ساخته شد. خرازیها و همکارانشان [۹] در پژوهشی نانوذرات فورستريت 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 فورستريت تولید شده به روش سل - ژل را در محدوده ۲۵-۴۵ نانومتر گزارش نمودند.

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

میلی لیتر آب مقطر با نسبت مولی یون منیزیم به پلی وینیل الکل ۸:۱ 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 هم زن 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 برنامه ریزی به طور هم دما در دمای ۸۰۰ 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 $\lambda = 1.542 \text{ \AA}$ در بازه $2\theta < 80^\circ$ و اندازه گام 0.05° درجه و زمان بر گام $1/25^\circ$ ثانیه به دست آمد. پیک های حاصل از الگوی پراش پرتو ایکس پودر فورستریت تولیدی، با کارت های استاندارد JCDPS^۱ مقایسه شد [۱۰]. از روش شرر^{۱۱} برای تعیین اندازه کریستالیت^{۱۲} پودر فورستریت تولیدی استفاده شد.

۲-۲- ساخت نمونه های 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، نمونه هایی در پنج گروه حاوی ۰، ۱، ۲، ۳ و ۴ درصد وزنی فورستریت تهیه شد. نانوذرات فورستریت و پودر گلاس آینومر به مدت ۳۰ ثانیه در آمالگاماتور مخلوط شدند. نسبت پودر به مایع برابر با ۲/۷ به

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

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

برای انجام آزمون استحکام فشاری، پنج نمونه استوانه ای شکل با قطر 4 ± 0.1 میلی متر و ارتفاع 6 ± 0.1 میلی متر مطابق استاندارد ISO 9917-1 تهیه شد. هر کدام از نمونه ها در محل مخصوص خود در دستگاه قرار داده شد، به نحوی که نیرو در راستای محور طولی با سرعت ۰.۵ میلی متر بر دقیقه به نمونه وارد شود. پس از پایان آزمون، حداکثر نیروی وارده برای شکست نمونه ها ثبت و استحکام فشاری از رابطه (۱) محاسبه شد:

$$C = 4P/\pi d^2 \quad (1)$$

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

برای انجام آزمون استحکام خمشی به روش سه نقطه ای^{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 نمونه ها در محل مخصوص خود در دستگاه قرار داده شد، به نحوی که نیرو در راستای عمود بر محور طولی با سرعت ۰.۵ میلی متر بر دقیقه به نمونه وارد شود. پس از پایان آزمایش، حداکثر نیروی وارده برای شکست نمونه ها ثبت و استحکام خمشی از رابطه (۲) محاسبه شد:

$$\sigma = 3Fl/2bh^2 \quad (2)$$

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

میلی متر است.

برای انجام آزمون استحکام کششی قطری^{۱۴}، پنج نمونه دیسکی شکل با قطر 9 ± 0.1 میلی متر و ضخامت 4.5 ± 0.1 میلی متر مطابق استاندارد 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 0.5 میلی متر بر دقیقه به نمونه وارد شود. پس از پایان آزمایش، حداکثر نیروی وارده 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 نیوتن و d و t به ترتیب قطر و ضخامت نمونه بر حسب میلی متر 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 روبشی (Philips XL30) بررسی شد.

۲-۴- 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 درصد وزنی نانو ذرات فورستریت به طور جداگانه، در 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

شد. برای تعیین رفتار زیست فعالی نمونه‌ها، در بازه‌های زمانی یاد شده، تغییرات غلظت یون کلسیم در محلول شبیه سازی شده بدن پس از خروج نمونه‌ها با استفاده از آزمون طیف سنجی نشری نوری زوج پلاسمای القایی (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 بنیان‌های موجود در نمونه‌ها، قبل و بعد از قرار گرفتن در محلول شبیه سازی شده بدن، از روش طیف سنجی تبدیل فوریه فروسرخ (FTIR) (MB 100 و Bomem) در محدوده $4000-400$ cm^{-1} و با نرخ روبش 2 cm^{-1} استفاده شد. بررسی و مشاهده مورفولوژی آپاتیت‌های تشکیل شده در سطح نمونه‌ها به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی (Cambridge و S360) انجام شد.

۲-۵- تحلیل آماری

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

۳- یافته‌ها و بحث

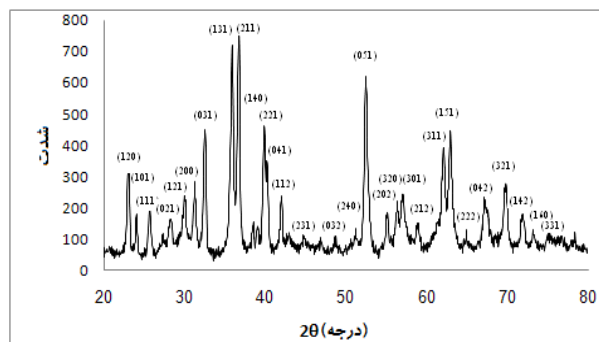
۳-۱- ارزیابی ساختاری پودر فورستریت

الگوی پراش پرتو ایکس نانوپودر فورستریت پس از عملیات کلسینه کردن در دمای 800°C 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 $20-30$ نانومتر محاسبه شد.

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

در توجیه بهبود خواص مکانیکی سیمان گلاس آینومر در حضور مقادیر مشخصی از نانوذرات فورستريت، در ابتدا می‌توان به خواص مکانیکی مطلوب نانوذرات فورستريت اشاره نمود [۸ و ۱۲]. 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 فورستريت به ذرات شیشه‌ای سیمان گلاس



شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس نانوپودر فورستريت پس از عملیات کلسینه کردن در دمای ۸۰۰ درجه سانتی گراد (کلیه پیک‌ها مربوط به فورستريت می‌باشد).

۲-۳- بررسی خواص مکانیکی نانوکامپوزیت گلاس آینومر

– فورستريت

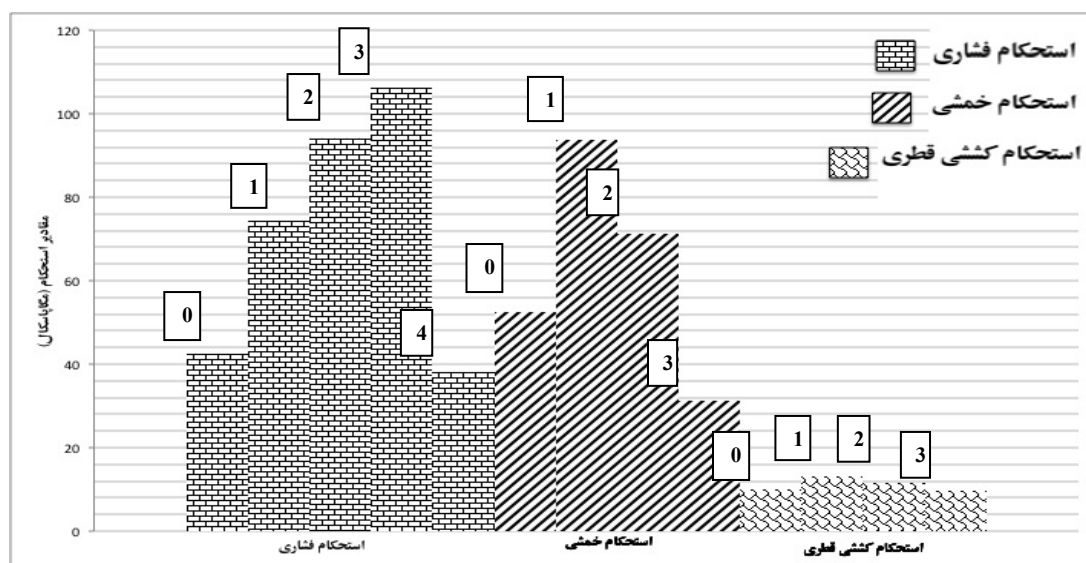
۱-۲-۳- آزمون استحکام فشاری، خمشی و کششی قطری

نتایج حاصل از آزمون استحکام فشاری، خمشی و کششی قطری سیمان گلاس آینومر حاوی درصدهای وزنی مختلف نانوذرات فورستريت 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 فورستريت، دارای بیشترین استحکام فشاری نسبت به نمونه‌های نانوکامپوزیتی با سایر درصدهای وزنی فورستريت است، به گونه ای 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 فورستريت 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 فورستريت 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 فورستريت (نتایج به صورت میانگین و انحراف معیار گزارش شده است).

درصد وزنی سیمان گلاس آینومر	درصد وزنی نانوذرات فورستريت	استحکام فشاری (مگاپاسکال)	استحکام خمشی (مگاپاسکال)	استحکام کششی قطری (مگاپاسکال)
۱۰۰	۰	۴۲٫۴ (۱٫۷)	۵۲٫۴ (۱٫۳)	۱۰ (۰٫۶)
۹۹	۱	۷۴٫۴ (۳٫۲)	۹۳٫۷ (۸٫۴)	۱۳ (۰٫۸)
۹۸	۲	۹۴٫۱ (۲٫۳)	۷۱٫۱ (۱٫۴)	۱۱٫۷ (۰٫۲)
۹۷	۳	۱۰۶٫۳ (۶٫۹)	۳۱٫۳ (۱٫۵)	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 فورستريت (اعداد بالای هر ستون، درصد وزنی نانوذرات فورستريت در نانوکامپوزیت را نشان می‌دهد).

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 فورستريت 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 نانوذرات فورستريت، ناشی از کاهش نیروهای پیوندی و اتصال دهنده میان جزء سرامیکی و پلیمری سیمان گلاس آینومر است. در واقع حضور ذرات خارجی فورستريت 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 فورستريت برای افزایش استحکام فشاری، در محدوده یک تا سه درصد وزنی است. لازم به ذکر است که در کاربردهای

ترمیم دندانی، بهبود استحکام فشاری از اهمیت بیش تری برخوردار است.

یاب و همکارانش [۱۶] در سال میلادی ۲۰۰۲، با افزودن چهار درصد حجمی هیدروکسی آپاتیت به سیمان گلاس آینومر Fuji IX GC توانستند استحکام فشاری و کششی قطری سیمان را به ترتیب به میزان ۳۱ و ۱۵ درصد افزایش دهند.

مشاوری نیا و همکارانش [۱۵] در سال ۲۰۰۸ میلادی، تأثیر افزودن نانوذرات هیدروکسی آپاتیت و فلوئورآپاتیت را بر خواص سیمان گلاس آینومر Fuji II GC به طور جداگانه مورد بررسی قرار دادند. آنها گزارش نمودند که افزودن پنج درصد وزنی نانوذرات هیدروکسی آپاتیت به سیمان گلاس آینومر، باعث افزایش ۱۳ درصدی در استحکام فشاری و افزایش ۴۱ درصدی در استحکام کششی قطری، و همچنین افزودن پنج درصد وزنی نانوذرات فلوئورآپاتیت به سیمان گلاس آینومر، باعث افزایش ۱۴ درصدی در استحکام فشاری و افزایش ۷۰ درصدی در استحکام کششی قطری سیمان می شود.

کنجی و همکارانش [۱۷] در سال ۲۰۱۱، با افزودن هشت درصد وزنی نانوذرات هیدروکسی آپاتیت به سیمان گلاس آینومر Fuji IX GC، توانستند استحکام فشاری و خمشی سیمان را به ترتیب به میزان ۶ و ۸۳ درصد افزایش دهند.

با مقایسه نتایج آزمون های مکانیکی پژوهش حاضر با پژوهش هایی که در بالا به آنها اشاره شد، می توان به خوبی دریافت، افزودن یک درصد وزنی نانوذرات فورستریت به سیمان گلاس آینومر، منجر به افزایش هم زمان استحکام فشاری، خمشی و کششی قطری سیمان، به میزان قابل توجهی می شود که می تواند در ترمیم های دندانی و کاشتنی های ارتوپدی تحت بار مؤثر واقع شود که از این دیدگاه، دستاورد چشم گیری در مقایسه با پژوهش های قبلی حاصل شده است.

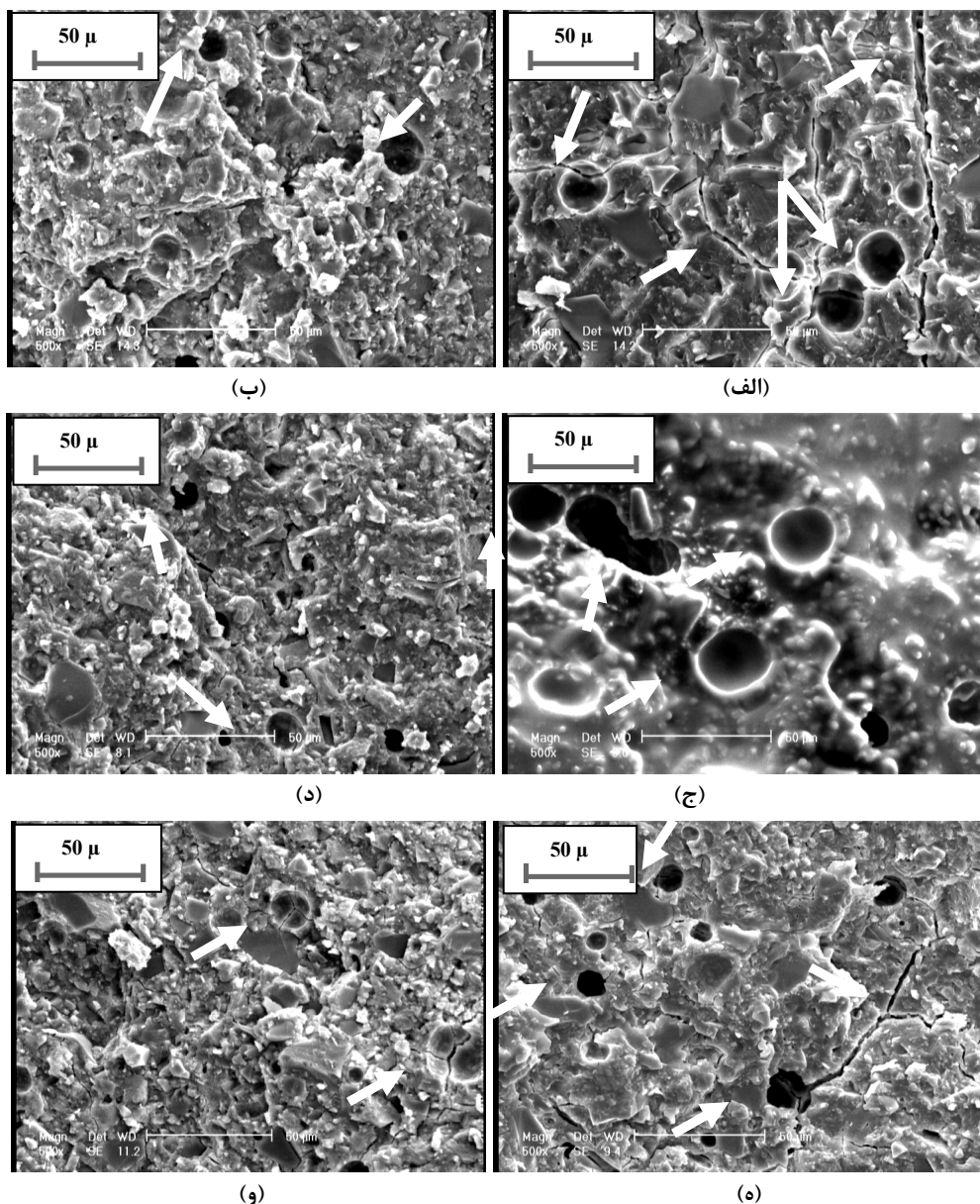
۳-۲-۲- بررسی مورفولوژی سطح شکست نمونه ها پس از اجرای آزمون های مکانیکی

با توجه به نتایج آزمون های استحکام فشاری، خمشی و کششی

قطری، از سطح شکست سیمان گلاس آینومر فاقد نانوذرات فورستریت (به عنوان نمونه شاهد) پس از اجرای آزمون های یاد شده و همچنین سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانوذرات فورستریت (نمونه با بیشترین استحکام فشاری در مقایسه با سایر نانوکامپوزیت ها) پس از اجرای آزمون استحکام فشاری و سیمان گلاس آینومر حاوی یک درصد وزنی نانوذرات فورستریت پس از اجرای آزمون های استحکام خمشی و کششی قطری (به عنوان نمونه هایی با بیشترین استحکام خمشی و کششی قطری) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گرفته شد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به سطح شکست این نمونه ها در آزمون های مکانیکی در شکل (۳) نشان داده شده است. ترک ها و حفراتی که در سطوح شکست نمونه ها پس از اجرای آزمون های مکانیکی قابل مشاهده است، با پیکان های سفید رنگ در شکل (۴) نشان داده شده است.

سیمان گلاس آینومر فاقد نانوذرات فورستریت، سطح شکست نامنظمی را نشان می دهد و حاوی تعداد زیادی حفره است. این حفرات طی آزاد شدن ذرات شیشه از سطح شکست سیمان گلاس آینومر ایجاد شده اند. این امر حاکی از این واقعیت است که ذرات شیشه ای استحکام پیوند قوی با زمینه پلیمری سیمان نداشته اند. همچنین ذرات شیشه ای بیش تر و به دنبال آن مناطق از هم گسسته بیش تری در فصل مشترک ذرات شیشه ای و زمینه پلیمری سیمان به دلیل ضعیف بودن فصل مشترک آنها وجود دارد. این فصل مشترک، ضعیف ترین جزء در ساختار سیمان گلاس آینومر است که می تواند به عنوان مرکز تمرکز تنش عمل کند و افت خواص مکانیکی سیمان را به دنبال داشته باشد [۱۸]. بنابراین شکست عمدتاً در فصل مشترک ذرات شیشه ای با زمینه پلیمری سیمان رخ داده است.

سطح شکست سیمان گلاس آینومر حاوی نانوذرات فورستریت هموارتر و دارای حفرات کم تری نسبت به سطح شکست سیمان گلاس آینومر فاقد نانوذرات فورستریت است، چرا که نانوذرات فورستریت در ساختار سیمان گلاس-



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

می‌توانند به عنوان مراکز 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 [۸، ۹، ۱۲، ۱۵].

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

در این پژوهش، خواص مکانیکی (استحکام فشاری، خمشی و کششی قطری) نانوکامپوزیت گلاس آینومر-فورستريت بررسی شد. نتایج نشان داد درصد وزنی بهینه نانوذرات فورستريت 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 فورستريت، استفاده از این نانوکامپوزیت در ترمیم‌های دندانی و کاشتني‌های ارتوپدی تحت بار پیشنهاد می‌شود. اجرای آزمون‌های آزمایشگاهی زیستی و نیز بررسی‌های درون بدنی در حیوانات برای تکمیل پژوهش حاضر، در دستور کار و اجرا قرار دارد.

۳-۳- ارزیابی زیست فعالی

۳-۳-۱- تعیین غلظت یون کلسیم محلول شبیه سازی شده بدن

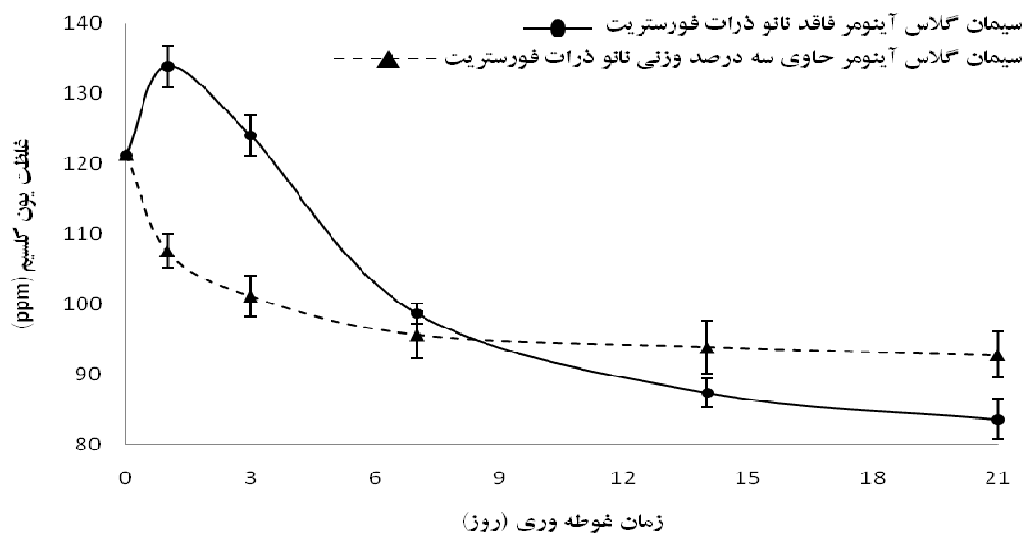
شکل (۵) نتایج آزمون طیف سنجی نشری نوری زوج پلاسمای القایی (ICP-OES)، غلظت یون کلسیم را در محلول شبیه سازی شده بدن، برای سیمان گلاس آینومر خالص و هم‌چنین سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانوذرات فورستريت در زمان‌های مختلف غوطه‌وری (۰-۲۱ روز) نشان می‌دهد. بر اساس مطالعه‌های آماری انجام شده با استفاده 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 رهائش آن از سیمان گلاس آینومر و از طرف دیگر توسط تشکیل لایه آپاتیت بر روی سطح سیمان کنترل می‌شود. 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 رهائش یون‌های کلسیم ذرات شیشه ای موجود در سیمان به داخل محلول است. انحلال بیش‌تر یون‌های کلسیم از شیشه، میزان

فوق اشباع بودن محلول شبیه سازی شده بدن اطراف خود را افزایش می‌دهد که این امر تشکیل هیدروکسی آپاتیت بر سطح سیمان را در زمان‌های بعدی غوطه وری ترغیب می‌کند. اما این امر به معنای عدم تشکیل هیدروکسی آپاتیت بر سطح سیمان در روز اول غوطه وری نیست. با توجه به مطالعه‌های انجام شده، گروه‌های سیلانول (Si-OH) و کربوکسیل (COOH-) بهترین مکان‌ها برای جوانه زنی آپاتیت‌اند [۱۹ و ۲۰].

پس از غوطه وری سیمان در محلول شبیه سازی شده بدن، هیدروکسی آپاتیت در سطح سیمان به دلیل وجود گروه‌های سیلانول (Si-OH) موجود در شیشه و کربوکسیل (COOH-) اسید پلیمری ایجاد می‌شود. از آن جایی که این گروه‌ها در محیط بدن دارای بار منفی‌اند [۲۱]، با جذب یون‌های کلسیم و در نهایت فسفر از محلول، جوانه‌های هیدروکسی آپاتیت در سطح سیمان ایجاد می‌شود. با گذشت زمان جوانه‌های ایجاد شده با جذب یون‌های کلسیم و فسفر از محیط رشد می‌کنند.

علاوه بر این، انرژی فصل مشترک ذرات شیشه - آپاتیت، پایین‌تر از انرژی فصل مشترک شیشه- محلول است. با شکسته شدن پیوندهای Si-O-Si یا Si-O-Al در محیط 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 مکان‌های ترجیحی برای جوانه زنی آپاتیت را فراهم می‌کند. از این رو جوانه‌های آپاتیته به آسانی بر روی سطوح این شیشه‌ها تشکیل می‌شوند و به طور خود به خود با مصرف یون‌های کلسیم و فسفر از محلول شبیه سازی شده بدن اطراف خود رشد می‌کنند. تشکیل سریع تر لایه هیدروژل سیلیکا بر سطح شیشه، نشان دهنده انحلال بیش‌تر یون‌های سیلیکات در محلول است. در نتیجه جوانه زنی آپاتیت بر روی سطح شیشه می‌تواند به طور مؤثری توسط هیدروژل سیلیکا در محلولی با درجه فوق اشباع کم‌تر تحریک شود [۲۲].



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

cm^{-1} ۳۵۰۰، ۱۶۲۰ و ۴۷۴ نیز مربوط به گروه عاملی هیدروکسیل (OH^-) است [۲۴ و ۲۳].

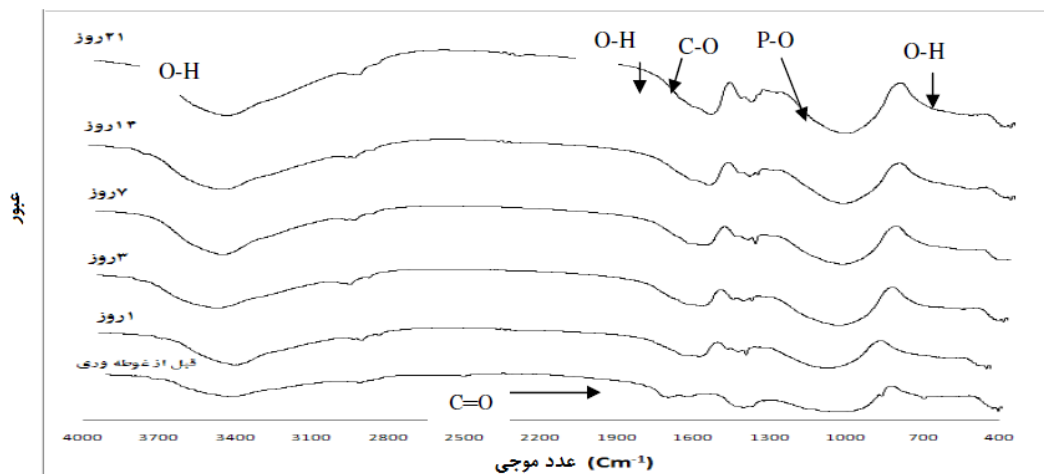
در شکل (۶-ب) نیز مشاهده می‌شود، پیش از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن، طیف به دست آمده برای سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانو ذرات فورستريت، علاوه بر پیک‌های جذبی مخصوص سیمان گلاس آینومر، پیک‌های جذبی مخصوص فورستريت خالص را نیز نشان می‌دهد. پیک‌های مشاهده شده در طول موج‌های محدوده cm^{-1} ۶۰۰-۵۰۰ و cm^{-1} ۱۱۰۰-۹۵۰ نانوکامپوزیت قبل از غوطه‌وری، مربوط به گروه‌های عاملی فسفات (PO_4^{3-}) در سیمان و SiO_4 در فورستريت است [۱۲، ۲۳، ۲۴]. هم‌چنین پیک مشاهده شده در ناحیه cm^{-1} ۴۷۵ متعلق به MgO_6 اکتاهدارال در فورستريت است که با پیک cm^{-1} ۴۷۴ مربوط به گروه عاملی هیدروکسیل تداخل دارد [۱۲]. سایر پیک‌ها در زمان‌های قبل و پس از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن برای نمونه نانوکامپوزیتی، مشابه با سیمان گلاس آینومر خالص هستند.

پس از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن، ملاحظه می‌شود که شدت پیک‌های $O-H$ ، $P-O$ و $C-O$ که در ساختار سیمان گلاس آینومر و هیدروکسی آپاتیت مشترک اند،

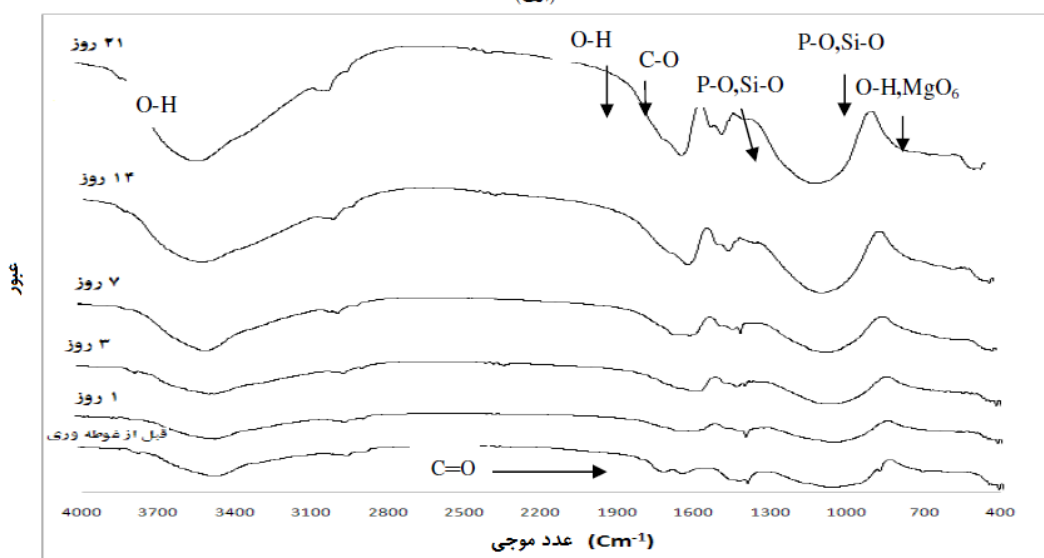
۳-۳-۲- آزمون طیف سنجی تبدیل فوریه فروسرخ

شکل (۶)، طیف تبدیل فوریه فروسرخ سیمان گلاس آینومر فاقد نانو ذرات فورستريت و هم‌چنین سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانو ذرات فورستريت، پس از زمان‌های مختلف غوطه‌وری (۰-۲۱ روز) در محلول شبیه‌سازی شده بدن در دامنه طول موج cm^{-1} ۴۰۰-۴۰۰۰ را نشان می‌دهد.

مطابق با شکل (۶-الف)، پیش از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن، طیف به دست آمده، پیک‌های جذبی مخصوص سیمان گلاس آینومر خالص را نشان می‌دهد. پیک‌های مشاهده شده در طول موج‌های محدوده cm^{-1} ۶۰۰-۵۰۰ و cm^{-1} ۱۱۰۰-۹۵۰ سیمان گلاس آینومر خالص قبل از غوطه‌وری، مربوط به گروه عاملی فسفات (PO_4^{3-}) است. هم‌چنین باندهای محدوده cm^{-1} ۱۳۳۵-۱۴۴۰ 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 cm^{-1} ۱۷۰۰ جذب شده است. پیک‌های مشاهده شده در طول موج‌های



(الف)



(ب)

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

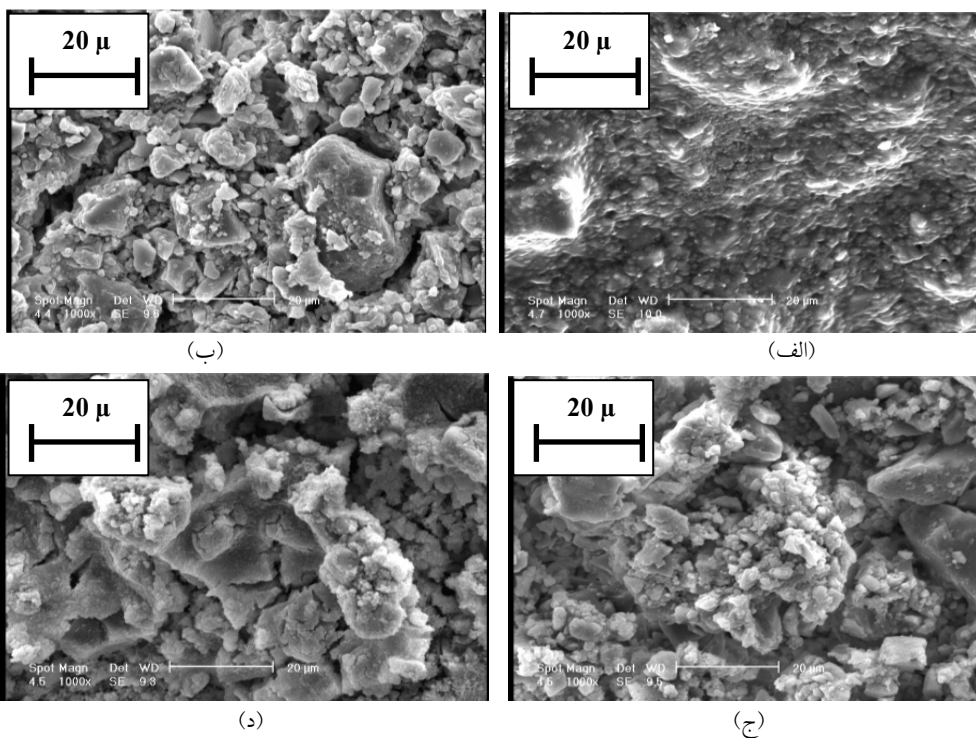
گلاس آینومر فاقد نانو ذرات فورستريت و هم‌چنین سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانو ذرات فورستريت را بعد از زمان‌های ۰، ۷، ۱۴ و ۲۱ روز غوطه وری در محلول شبیه سازی شده بدن نشان می‌دهد.

به طور کلی مقایسه تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی شکل‌های (۷) و (۸) نشان می‌دهد در ابتدا جوانه‌های کلسیم فسفاتی در سطح سیمان گسترده شده‌اند، به گونه ای که با افزایش زمان غوطه وری، تراکم این جوانه‌ها در سطح افزایش می‌یابد. سپس این جوانه‌ها به یک‌دیگر می‌پیوندند و در نهایت

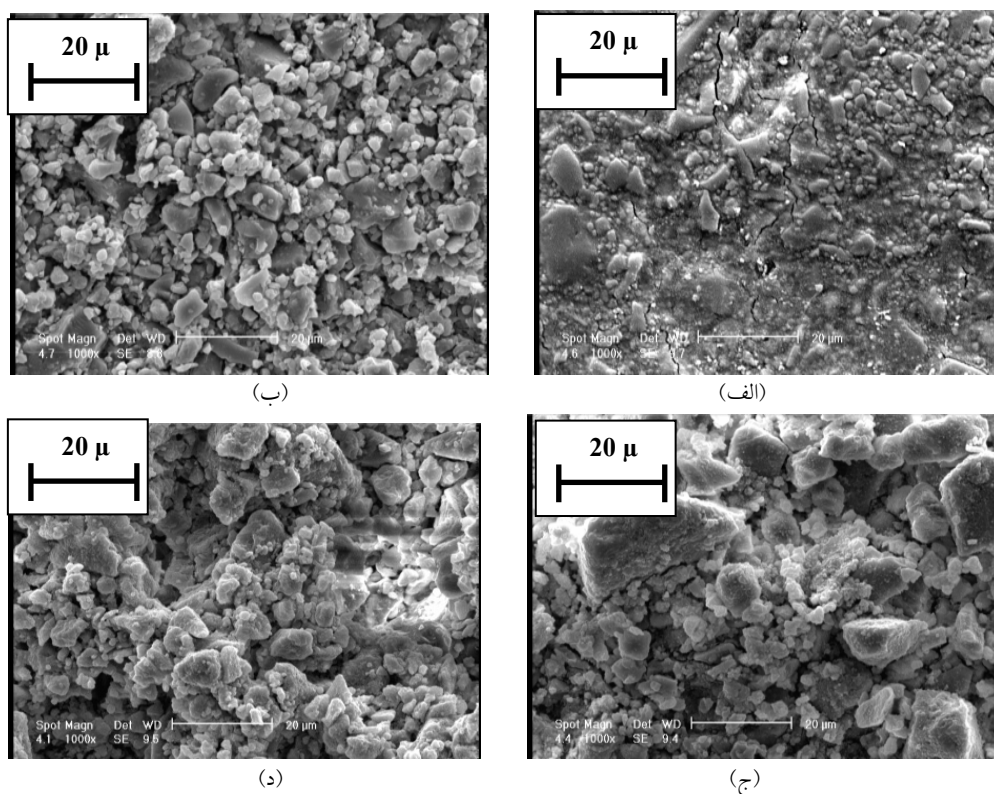
برای هر دو گروه از نمونه‌ها با افزایش زمان غوطه‌وری زیاد می‌شود که این امر به دلیل خاصیت زیست فعالی سیمان گلاس آینومر خالص و هم‌چنین سیمان گلاس آینومر حاوی سه درصد وزنی نانو ذرات فورستريت و در نتیجه تشکیل کربنات هیدروکسی آپاتیت بر سطح آن‌ها است.

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 فورستريت: (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 فورستريت: (الف) قبل از غوطه‌وری و پس از (ب) هفت روز، (ج) ۱۴ روز و (د) ۲۱ روز غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن.

لایه ای از هیدروکسی آپاتیت تقریباً تمام سطح را می پوشاند.

۴- نتیجه گیری

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

وزنی نانوذرات فورستريت به سیمان، باعث ۷۸/۸ درصد افزایش در استحکام خمشی و ۳۰ درصد افزایش در استحکام کششی قطری سیمان شد. سیمان گلاس آینومر حاوی یک تا سه درصد وزنی نانوذرات فورستريت، به عنوان نمونه بهینه به دلیل بهبود خواص مکانیکی و افزایش زیست فعالی می تواند گزینه مناسبی برای کاربردهای دندانپزشکی و ارتوپدی باشد.

واژه نامه

- | | | |
|---|---|-----------------------------------|
| 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. McDonnell, 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.