

بررسی ریزساختار و خواص زیستی نانوذرات بیوسرامیک بغدادیت سنتز شده به روش سل - ژل

میرزا فروغ*، رحمت‌اله عمادی و مهدی احمدیان

دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ۸۴۱۵۶۸۳۱۱۱، ایران

(تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۵/۲۸؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۷/۱۵)

چکیده: بیوسرامیک‌ها با دارا بودن خواصی همچون زیست‌فعالی مناسب، زیست‌سازگاری، استحکام فشاری و مقاومت به سایش دارای کاربردهایی در مهندسی بافت هستند. یکی از دسته‌های بیوسرامیک‌های پرمصرف کلسیم سیلیکات‌ها می‌باشد. کلسیم سیلیکات‌ها دارای زیست‌سازگاری، زیست‌فعالی و دارای خواص مکانیکی نسبتاً مناسبی می‌باشند ولیکن سرعت تخریب آن‌ها بالاست. برای رفع این مشکل عناصری همچون منیزیم (Mg)، زیرکونیوم (Zr) و روی (Zn) به آن‌ها اضافه می‌شود. بغدادیت ($\text{Ca}_3\text{ZrSi}_2\text{O}_9$) یکی از سرامیک‌های پایه کلسیم سیلیکاتی بوده که عنصر زیرکونیوم جانشین بخشی از عنصر کلسیم شده است و از خواص زیستی مناسبی برخوردار است. همچنین حضور عناصر کلسیم و زیرکونیوم باعث افزایش خواص بیولوژیکی و مکانیکی این ماده شده است. هدف از انجام این پژوهش ساخت پودر بغدادیت با استفاده از فرایند سل - ژل بوده و بررسی و مشخصه‌یابی آن با استفاده از آزمون‌های پراش پرتو ایکس جهت بررسی فازهای تشکیل شده، آزمون تعیین هاله عدم رشد به منظور خواص آنتی‌باکتریال، آزمون طیف تبدیل فوریه مادون قرمز برای تعیین گروه‌های عاملی و بررسی مورفولوژی پودر با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی صورت گرفت. نتایج نشان داد که فاز بغدادیت تک‌فاز با اندازه ذرات 15 ± 225 نانومتر تشکیل شده و دارای مورفولوژی کلوخه‌ای می‌باشد. آزمون آنالیز عنصری وجود عناصر سازنده بغدادیت (O، Zr، Si، Ca) را در نمونه سنتز شده تأیید نمود. همچنین نقشه آنالیز عنصری پراکندگی، یکنواختی عناصر سازنده بغدادیت را تأیید کرد. نتایج آزمون تعیین هاله عدم رشد نشان داد که بغدادیت خواص آنتی‌باکتریال مناسبی در مقابل باکتری‌های استافیلوکوک ندارد ولیکن در برابر باکتری‌های اشرشیاکلای تا اندازه کمی خواص آنتی‌باکتریال از خود نشان داد.

واژه‌های کلیدی: بیوسرامیک، کلسیم سیلیکات، بغدادیت، سل - ژل، آنتی‌باکتریال.

* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: mirrezaforogh@gmail.com

Investigating the Microstructure and Biological Properties of Baghdadite Bioceramic Nanoparticles Synthesized by Sol-Gel Process

M. R. Forough*, R. Emadi and M. Ahmadian

Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan 84156-83111, Iran

ABSTRACT

Bioceramics are very popular materials for tissue engineering applications due to their properties such as suitable bioactivity, biocompatibility, excellent compressive strength, and wear resistance. One of the most widely used bioceramics is calcium silicates. Calcium silicates are biocompatible and bioactive with relatively good mechanical properties, but high degradation rate. Elements such as magnesium (Mg), zirconium (Zr), and zinc (Zn) are added to calcium silicates to resolve this problem. Baghdadite ($\text{Ca}_3\text{ZrSi}_2\text{O}_9$) with good biological properties is one of the calcium silicate based ceramics in which the zirconium element has replaced part of the calcium element. Also, the presence of calcium and zirconium elements has increased the biological and mechanical properties of this material. The purpose of this research was to synthesize Baghdadite powder using the sol-gel process and to characterize it using X-ray diffraction test to study the formed phases, halo test for antibacterial properties investigations, Fourier transform infrared spectroscopy to determine the functional groups, and field emission scanning electron microscope to examine the morphology of the powder. The results showed that the single-phase Baghdadite phase was formed with the particle size of 225 ± 15 nm and lumpy morphology. The elemental analysis test confirmed the presence of the main elements of Baghdadite (Ca, Si, Zr, and O) in the synthesized sample. Moreover, the elemental map analysis confirmed the uniformity of Baghdadite constituent elements. The results of the Disk diffusion test revealed that Baghdadite had no appropriate antibacterial properties against staphylococcus bacteria, but showed a slight antibacterial properties against Escherichia coli bacteria.

Keywords: Bioceramic, Calcium silicate, Baghdadite, Sol-gel, Antibacterial.

۱- مقدمه

مهندسی بافت^۱ یک رشته تخصصی است که به کمک اصول مهندسی و علوم زیستی، در تولید بافت‌های حیاتی برای بهبود بیماری‌ها و جایگزینی بافت‌های آسیب دیده کمک می‌کند. این رشته با استفاده از روش‌هایی مانند تکثیر سلولی^۲، کشت سلولی^۳، ساخت ماتریس بافتی و فناوری‌های پیشرفته برای تولید بافت‌های جدید مورد استفاده قرار می‌گیرد. مهندسی بافت از دو علم مهم بیومهندسی و بافت شناسی تشکیل شده است. در بیومهندسی، مهندسان با استفاده از علم مهندسی برای بهبود تشخیص و درمان بیماری‌های انسانی و حیوانی استفاده می‌کنند. در بافت‌شناسی، تمرکز بر تعریف، شناسایی و درک عملکرد بافت‌های زیستی انسان و حیوان است. مهندسی بافت در مواردی مانند زخم‌های پوستی، بافت‌های بینایی و عصبی، می‌تواند به‌عنوان یک راه‌حل کارآمد و مؤثر برای بهبود شرایط

بیماری باشد (۱ و ۲). یکی از چالش‌های اصلی مهندسی بافت، پرورش سلول‌ها به شکل صحیح است. برای تولید بافت‌های جدید، سلول‌ها باید به شکل مناسب و قابل استفاده توسط بدن تولید شوند. با این وجود، مشکلاتی همچون بهره‌وری پایین، استحکام ناکافی سلول‌ها و هزینه‌های بالای پرورش وجود دارد. همچنین برای تولید بافت‌هایی با شکل خاص، سختی و چالش‌هایی وجود دارد. برای تولید بافت‌های جدید نیز باید از موادی ایمن و زیست سازگار^۴ باید استفاده شود و بنا به کاربرد آن‌ها به ویژگی‌هایی همچون خواص مکانیکی آن‌ها توجه کرد (۳-۵).
سرامیک‌ها موادی غیرفلزی و غیرآلی می‌باشند که از اتم‌های فلزی، غیرفلزی و شبه فلزی تشکیل می‌شوند (۶). بیوسرامیک‌ها به‌عنوان یکی از مهم‌ترین شاخه‌های سرامیک‌های زیست‌سازگار هستند (۷). بیوسرامیک‌ها با گذر زمان جایگاه ویژه‌ای در علم پزشکی پیدا کردند و به‌منظور جایگزینی و بازسازی بافت‌هایی

حدود ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد می‌باشد (۱۷). روش آلیاژسازی مکانیکی دارای محدودیت و چالش‌هایی می‌باشد که می‌توان به مواردی همچون دمای بالای سینترینگ و عدم توانایی کنترل بر روی شرایط استوکیومتری اشاره کرد. همچنین ممکن است فازهای نامطلوبی در حین فرایند شکل‌گیری و اندازه‌دانه‌ها درشت به علت دمای بالا سینتر تشکیل شود (۱۸). فرایند سل-ژل برای سنتز مواد سرامیکی، ترکیبات فلزی و مواد شیشه‌ای در دماهای پایین کاربرد دارد. در فرایند سل-ژل، محصول نهایی از مجموع واکنش‌های شیمیایی یک‌طرفه می‌باشد. در واقع با انجام این واکنش‌ها، محلول به‌دست آمده اولیه به‌عنوان سل به یک مولکول سه بعدی نامحدود به‌عنوان ژل تبدیل می‌شود. سپس برای از بین بردن حلال، خشک‌شده و با عملیات حرارتی محصول نهایی حاصل می‌شود. این فرایند برای سنتز زیادی از مواد نظیر پودرها، کامپوزیت‌ها، پوشش‌ها و الیاف‌های مختلفی استفاده می‌شود (۱۵). ادغام یون‌های زیرکونیوم به ساختار کلسیم سیلیکات منجر به تشکیل بغدادیت می‌شود زیرکونیوم به دلیل استحکام مکانیکی خوب و زیست‌سازگاری مطلوب به‌طور گسترده‌ای در مهندسی بافت جهت ترمیم و بازسازی استفاده می‌شود (۱۹ و ۲۰). یون‌های زیرکونیوم چهار ظرفیتی بوده و در سیستم Ca-Si قرار می‌گیرد و باعث تشکیل $\text{Ca}_3\text{ZrSi}_2\text{O}_9$ می‌شود. بغدادیت یک ماده معدنی بوده که در اصل در عراق کشف شده است (۲۱ و ۲۲). یون زیرکونیوم در بافت‌های انسان و استخوان به مقدار ۲۰-۲ میلی‌گرم بر کیلوگرم در بدن انسان وجود دارد. یون زیرکونیوم در بدن حیوانات سمیت کم تا متوسطی را داراست (۲۳). وجود یون‌های زیرکونیوم با توجه به نرخ تخریب کمی که دارند باعث پدید آمدن سطح تقریباً پایداری برای پشتیبانی از تکثیر سلول‌های بنیادی در سرامیک‌های کلسیم سیلیکاتی می‌باشد (۲۴). بغدادیت نیز با توجه به خواص بیولوژیکی مناسبی که دارد در سال‌های اخیر مورد توجه قرار گرفته است. از این خواص می‌توان به زیست‌فعالی خوب، زیست‌سازگاری، قابلیت جذب بالا و خواص مکانیکی مناسب اشاره کرد (۲۲ و ۲۵). با

همچون دندان و استخوان‌ها و در بافت‌های نرم مورد استفاده قرار می‌گیرند (۸). بیوسرامیک‌ها موادی هستند که دارای خواص زیستی بوده و به‌عنوان یکی از مهم‌ترین مواد در مهندسی بافت مورد استفاده قرار می‌گیرند. با توجه به ویژگی‌هایی که بیوسرامیک‌ها دارند، از نظر ساختاری، مکانیکی، زیستی و حتی الکترونیکی با بافت‌های زنده مانند استخوان‌ها مشابه هستند. بیوسرامیک‌ها با قابلیت‌های زیستی، ایمنی و تخریب‌پذیری خود، به تکامل سلول‌ها و بافت‌های بدن کمک می‌کنند. بیوسرامیک‌ها با توجه به خواص گفته شده می‌توانند فضایی در بافت‌های زنده جهت پرورش و جایگزینی سلول‌های جدید فراهم سازند. همچنین، بیوسرامیک‌ها به دلیل ویژگی‌هایشان مانند قابلیت فرسایش، پذیرش و چسبندگی با سلول‌ها و بافت‌های زنده، به‌خوبی به‌عنوان سازه‌ای جایگزین و کم‌هزینه برای بافت‌های زنده استفاده می‌شوند (۹-۱۱). در زمینه جراحی‌های ترمیمی، نقایص استخوانی از بزرگترین چالش‌ها می‌باشد. نیاز به مواد مصنوعی جهت ترمیم با گذر زمان افزایش یافته است که دلیل اصلی آن افزایش سن جمعیت و افزایش طول عمر می‌باشد (۱۲). در تحقیقات نشان داده شده است که بیوسرامیک‌ها خواص مطلوبی همچون زیست‌فعالی، توانایی جذب بالا، واکنش‌های سلولی و زیست‌سازگاری بالایی دارند (۱۳).

امروزه مواد سرامیکی بر پایه کلسیم سیلیکات به دلیل داشتن زیست‌فعالی عالی، قابلیت تشکیل آپاتیت و واکنش‌های سلولی مناسب به‌عنوان موادی برای کاربردهای بافت و استخوان استفاده می‌شوند (۱۴). به‌منظور بهبود خواص کلسیم سیلیکات‌ها عناصری مانند منیزیم، روی، تیتانیوم و زیرکونیوم به این دسته از سرامیک‌ها اضافه می‌شود. یکی از سرامیک‌های پایه کلسیم سیلیکاتی، بغدادیت^۵ می‌باشد که از روش‌های سل-ژل و آلیاژسازی مکانیکی سنتز می‌شوند (۱۵ و ۱۶). در فرایند آلیاژسازی مکانیکی ابتدا پودرهای CaO ، ZrO_2 و SiO_2 با نسبت مولی‌های مشخص به یکدیگر مخلوط شده و در دمای مشخصی سینتر شده و تولید می‌شود. دمای بهینه سینتر کردن

می‌شود. سپس زیرکونیوم نیترات و کلسیم نیترات با فاصله به محلول اضافه می‌شود. به مدت پنج ساعت محلول ساخته شده روی همزن مغناطیسی قرار داده می‌شود تا انحلال به طور کامل صورت گیرد و ژل حاصل شود. بعد از آن در آن ۶۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴ ساعت و پس از آن در آن با دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۴۸ ساعت قرار داده می‌شود. سپس به مدت ۳ ساعت در دمای ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد کلسینه می‌شود (۲۷). شکل (۱)، مراحل سنتز یک ماده را با فرایند سل-ژل نشان می‌دهد. پودر کلسینه شده را با مقداری اتانول در کاپ زیرکونیایی به مدت سه ساعت با سرعت ۲۵۰ دور بر دقیقه با نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱ آسیاب شد.

جهت بررسی فازهای تشکیل شده در پودر کلسینه شده، آزمون پراش پرتوی ایکس (Philips X-Pert-MPD system) استفاده می‌شود. الگوی پراش با استفاده از لامپ $\text{CuK}\alpha$ با طول موج $1/542$ آنگستروم در بازه زاویه $20 > 2\theta > 80$ با طول گام $0/05$ به دست آمد. به منظور مطالعه ساختار فازی، الگوهای پراش پرتو ایکس به دست آمده با اطلاعات کارت‌های استاندارد مقایسه شده و بعد از مقایسه، فازهای نمونه مشخص می‌شود. همچنین از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی^۶ به منظور بررسی موفولوژی و تعیین اندازه ذرات بغدادیت به کمک نرم‌افزار ImageJ استفاده می‌شود. همچنین جهت بررسی عناصر موجود در پودر بغدادیت آزمون آنالیز عنصری^۷ بر روی نمونه صورت خواهد گرفت. به منظور ارزیابی پیوندهای تشکیل شده در پودر حاصل، آزمون طیف تبدیل فوریه مادون قرمز^۸ انجام می‌شود. این آزمون در بازه طول موج $4000-400$ cm^{-1} با سرعت روبش 2 cm^{-1} صورت می‌گیرد. آزمون تعیین هاله عدم رشد عبارت است از سنجش میزان آنتی‌بیوتیک یا سایر عوامل ضد میکروبی برای ممانعت از رشد باکتری‌ها در محیط آزمایشگاهی می‌باشد. یکی از روش‌های بررسی اثر ضد میکروبی مواد روش تعیین قطر هاله عدم رشد به روش دیسک دیفیوژن یا ول دیفیوژن است. این روش همچنین به روش Kirby-Bauer نیز مشهور است. آزمون تعیین هاله عدم رشد

جدول ۱- ترکیبات و نسبت‌های مولی مورد نیاز برای سنتز پودر

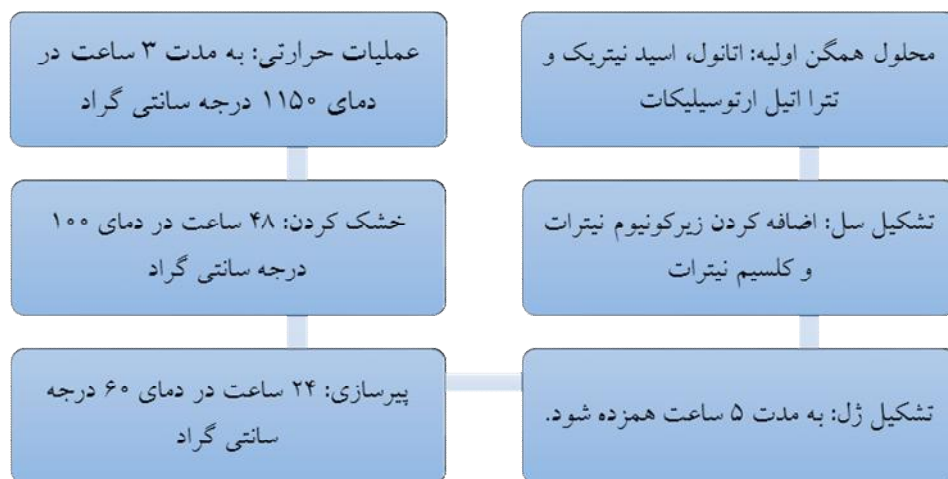
بغدادیت		
نام ماده	شرکت سازنده	نسبت مولی
زیرکونیوم نیترات $\text{Zr}(\text{NO}_3)_2$	Merck	۱
کلسیم نیترات ۴ آبه $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Merck	۳
اتانول $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	Merck	۸
تترا اتیل ارتوسیلیکات (TEOS) $\text{SiC}_8\text{H}_{20}\text{O}_4$	Merck	۱
اسید نیتریک HNO_3	Merck	۰/۱۶

به کارگیری روش سل-ژل، در سالیان اخیر بغدادیت توسط محققین از جمله راماس وامی و همکاران (۱۷)، لئو و همکاران (۲۶)، روحانی اصفهانی و همکاران (۲۷) و صادق‌زاده و همکاران (۲۸) سنتز شده است. روش سل-ژل نسبت به روش آلیاژسازی مکانیکی گران قیمت‌تر می‌باشد ولی از طرفی دارای مزایایی می‌باشد که می‌توان به کنترل ترکیب شیمیایی، دمای پایین واکنش و امکان تشکیل ذرات با اندازه یکنواخت اشاره کرد (۱۸). در این پژوهش به بررسی سنتز بغدادیت به روش سل-ژل پرداخته شد و سپس ریزساختار و خواص آنتی‌باکتریال آن مورد بررسی قرار می‌گیرد.

۲- مواد و روش تحقیق

برای سنتز بغدادیت به روش سل-ژل از کلسیم نیترات چهار آبه، زیرکونیوم نیترات، اتانول ۹۹ درصد، تئوس و اسید نیتریک با غلظت دو مولار استفاده شد. در جدول (۱) ترکیبات و نسبت‌های مولی مورد نیاز برای سنتز پودر بغدادیت با روش سل-ژل ذکر شده است (۲۲).

ابتدا اتانول، تترا اتیل ارتوفسفات و اسید نیتریک را مخلوط کرده و به مدت ۳۰ دقیقه بر روی همزن مغناطیسی قرار داده



شکل ۱- مراحل سنتز پودر بغدادیت به روش سل-ژل.

۳- نتایج و بحث

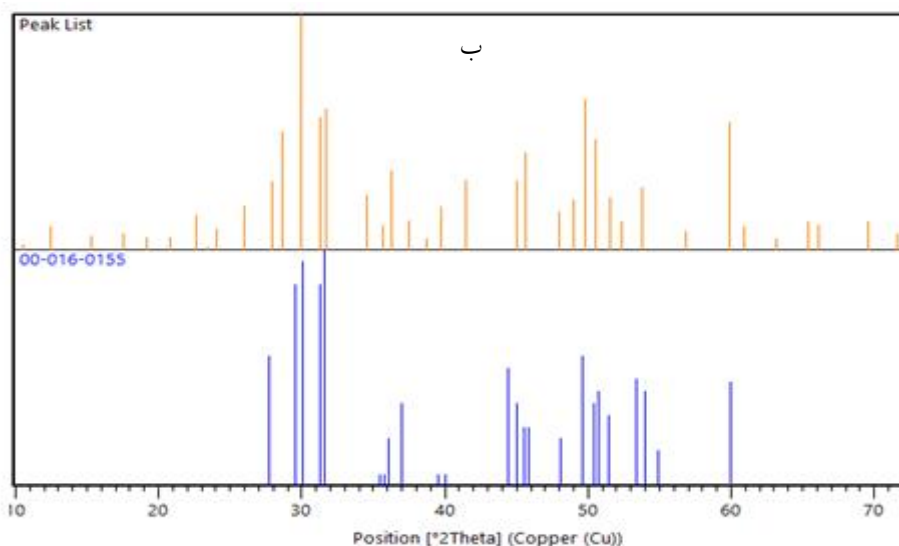
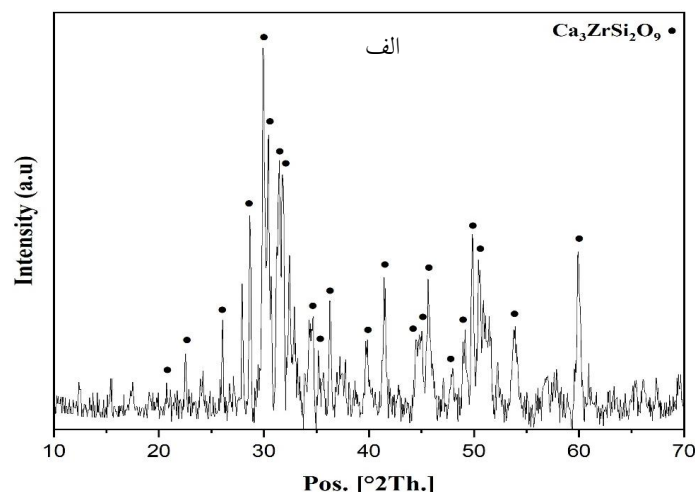
۳-۱- مشخصه‌یابی پودر بغدادیت

۳-۱-۱- تحلیل و بررسی الگوی پراش پرتو ایکس بغدادیت شکل (۲)، نشان دهنده الگوی پراش پرتو ایکس به دست آمده از پودر بغدادیت به همراه پایگاه داده فاز بغدادیت می‌باشد. با استفاده از استاندارد های JCPDS و مطابقت دادن با شماره کارت استاندارد ۰۱۵۵-۰۱۶-۰۰۰ JCPDS، فاز بغدادیت شناسایی شد و این تطابق بیانگر خلوص بالای پودر سنتز شده می‌باشد. در شکل (۲)، پیک‌های فاز بغدادیت مشخص شده است. حداکثر شدت پیک در زاویه $31/58^\circ$ درجه به وجود آمده است. با توجه به استاندارد گفته شده، بغدادیت دارای ساختار کریستالی مونوکلینیک و چگالی آن برابر با $3/46$ گرم بر سانتی متر مکعب می‌باشد.

۳-۱-۲- تحلیل ریزساختار پودر بغدادیت با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM)

برای بررسی ریزساختار و مورفولوژی پودر بغدادیت از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی استفاده گردید. شکل (۳)، نشانگر مورفولوژی پودر بغدادیت می‌باشد. با استفاده از نرم‌افزار ImageJ اندازه ذرات بغدادیت حدود 225 ± 15

برای ارزیابی خواص آنتی‌باکتریال پودر بغدادیت با باکتری استفیلوکوک^۹ به عنوان گرم مثبت و باکتری اشرشیاکلائی^{۱۰} به عنوان گرم منفی در دمای 37° درجه سانتی گراد به مدت یک شبانه روز، در شرایط مناسب در محیط مایع کشت داده شدند. از هر باکتری کشت داده شده در محیط کشت مایع به میزان مشخص برداشته شد و جهت به دست آوردن کلنی‌های ایزوله شده، بر روی محیط کشت جامد، کشت داده شد. بعد از ایزوله کردن باکتری‌ها بر روی محیط کشت جامد میکروبی، مقداری از کلونی باکتری برداشته شد و در سرم استریل حل شد. سپس بعد از تهیه محلول هموزن، غلظت نهایی باکتری در هر لوله آزمون معادل نیم مک فارلند تهیه شد. سپس، با سواب استریل شده محلول را به هم زده و بر روی محیط کشت جامد میکروبی به وسیله سواب، کشت چمنی داده شد. بعد از کشت، نمونه‌های مورد آزمون تعیین هاله عدم رشد، بر روی محیط کشت انتقال داده شد و به مدت ۲۴ ساعت در دمای 37° درجه سانتی گراد، انکوبه شد. بعد از ۲۴ ساعت پلیت بررسی گردید و منطقه هاله عدم رشد اندازه‌گیری شد. در نهایت با توجه به هاله مشاهده شده، گزارش تست آنتی‌بیوگرام را برای هر یک از نمونه‌ها، به صورت حساس، مقاوم و یا نیمه حساس گزارش داده شد (۲۹).



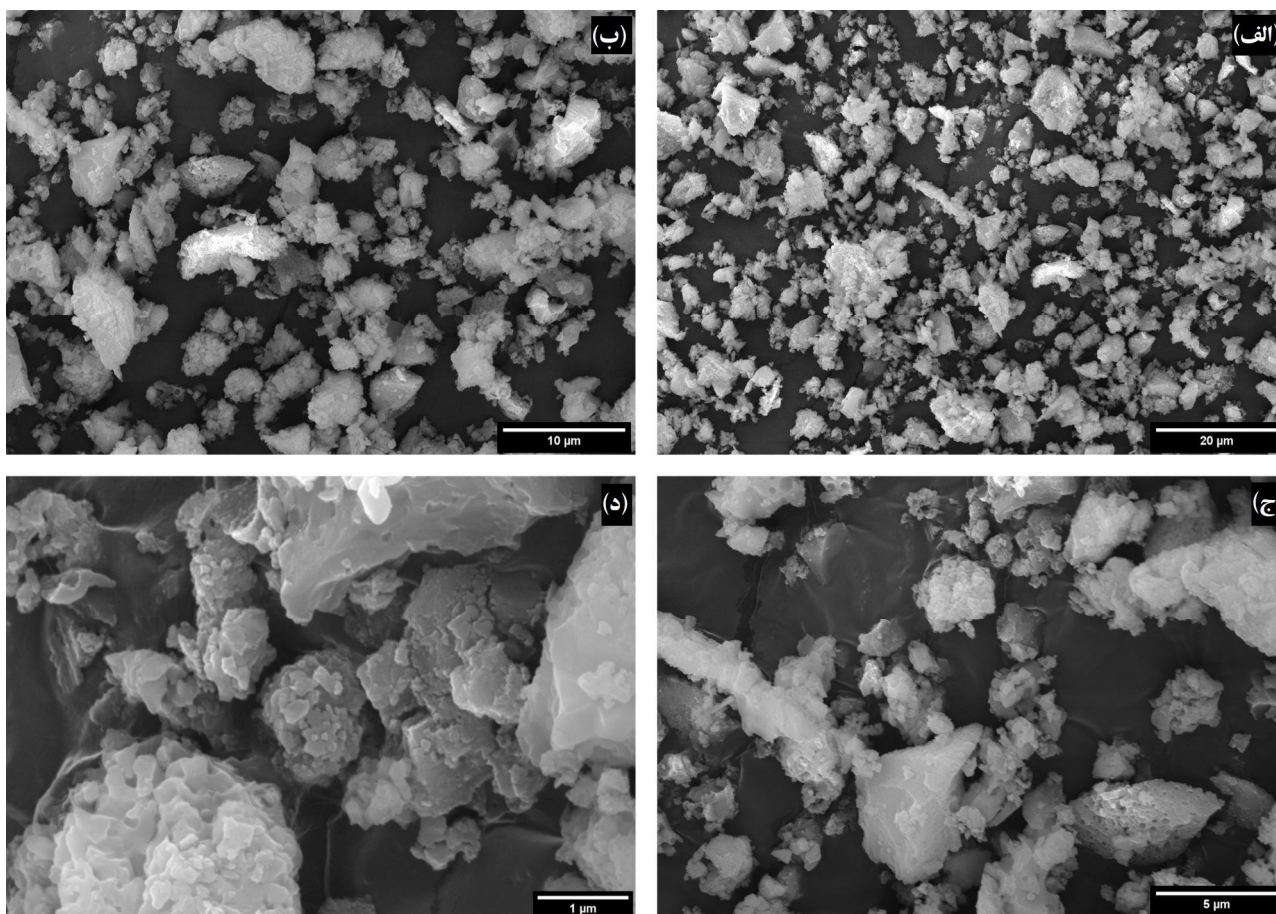
شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس پودر بغدادیت سنتز شده به همراه پایگاه داده فاز بغدادیت (JCPDS: ۰۰-۰۱۶-۰۱۵۵).

۳-۱-۳- بررسی گروه‌های عاملی موجود در پودر بغدادیت

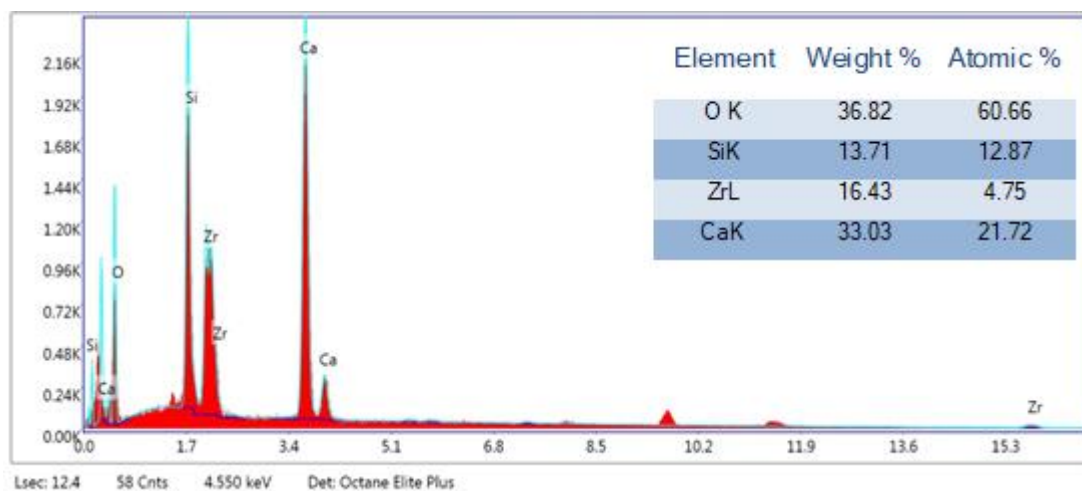
با آزمون طیف تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR)

آزمون طیف تبدیل فوریه مادون قرمز، برای بررسی پیوندهای گروه‌های عاملی بر روی پودر بغدادیت صورت گرفت. پیک‌های حاصل از آزمون در شکل (۶) نشان داده شده است. نتایج به دست آمده از این آزمون به صورت فرکانس ارتعاشی بر حسب شدت پیک‌های آن می‌باشد. پیک‌های بلندتر نشانگر درصد بیشتری از حضور پیوند شناسایی شده می‌باشد، همچنین هرچه پیک تیزتر باشد نظم آن پیوند در ساختار ماده بیشتر می‌باشد. با توجه به شکل (۶) می‌توان

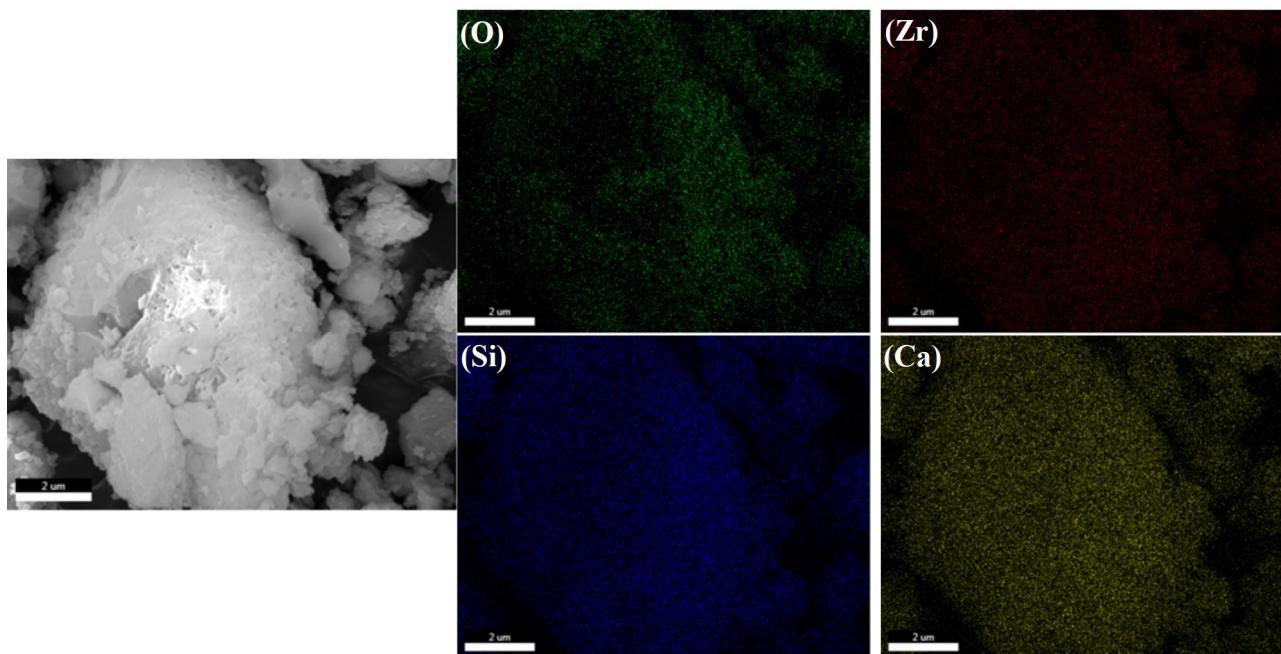
نانومتر تخمین زده شد. کریستال‌های پودر بغدادیت به صورت کلوخه‌ای شکل رؤیت می‌شوند. آزمون آنالیز عنصری (EDS) نیز بر روی پودر بغدادیت صورت گرفت و شکل (۴)، نشانگر نمودار آنالیز عنصری عناصر موجود در پودر بغدادیت می‌باشد. همان‌طور که مشاهده می‌شود عناصر اصلی سازنده بغدادیت (Ca و Zr، Si، O) در نتایج دلیل دیگری بر تشکیل بغدادیت می‌باشد. همچنین پراکندگی عناصر موجود در پودر بغدادیت با استفاده از آنالیز نقشه رنگی عنصری در شکل (۵) نشان داده شد. همان‌طور که در شکل مشاهده می‌شود عناصر Zr، Si، O و Ca به صورت کاملاً همگن در نمونه توزیع شده‌اند.



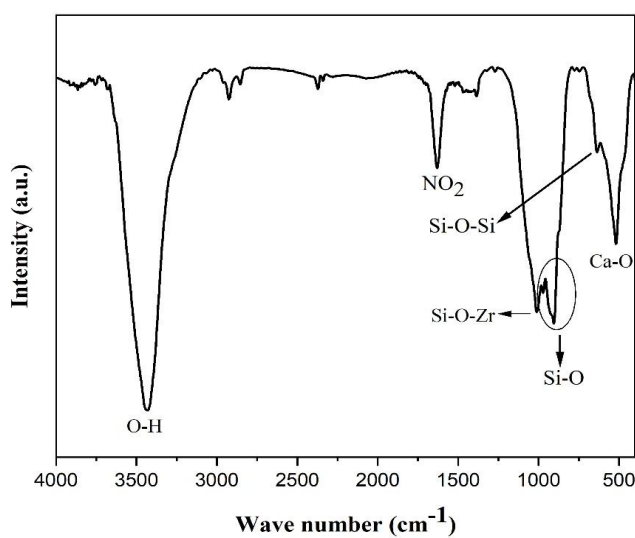
شکل ۳- تصاویر به دست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی پودر بغدادیت در بزرگنمایی‌های مختلف.



شکل ۴- آنالیز عنصری توزیع عنصری پرتو ایکس از پودر بغدادیت.



شکل ۵- آنالیز نقشه رنگی عنصری پودر بغدادیت در مقیاس ۲ میکرومتر.

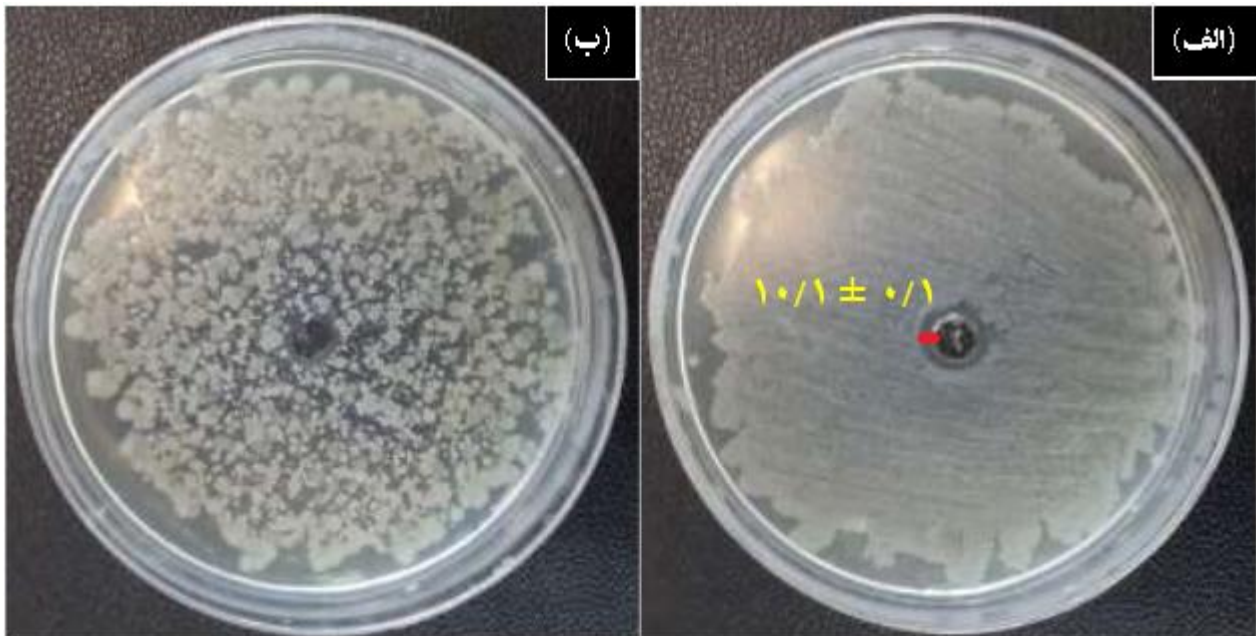


شکل ۶- طیف مادون قرمز با تبدیل فوریه پودر بغدادیت.

۳-۲- آزمون تعیین قطر هاله عدم رشد

منطقه هاله عدم رشد باکتری برای هر دو باکتری گرم منفی و گرم مثبت در شکل (۷) نشان داده شده است. همچنین جدول (۲ و ۳) نتایج آزمون تعیین هاله عدم رشد (ول دیفیوژن) برای پودر بغدادیت در هر پلیت آزمون توسط باکتری‌های استافیلوکوک و اشرشیاکلاهی نشان داده شده است. علامت منفی

گفت که پیک موجود در 3425 cm^{-1} مربوط به پیوند O-H، پیک در 1015 cm^{-1} مربوط به پیوند Si-O-Zr، پیک در بازه $850-1000 \text{ cm}^{-1}$ مربوط به پیوندهای Si-O، پیک در بازه $400-650 \text{ cm}^{-1}$ مربوط به پیوندهای Si-O-Si و Ca-O می‌باشند (۳۰ و ۳۱).



شکل ۷- آزمون تعیین هاله عدم رشد برای پودر بغدادیت، در هر پلیت آزمون برای باکتری: (الف) روش دیسک دیفیوژن بر روی اشرشیاکلاهی (ب) روش دیسک دیفیوژن بر روی استافیلوکوک.

جدول ۲- نتایج آزمون تعیین هاله عدم رشد برای پودر بغدادیت در هر پلیت آزمون توسط باکتری‌های استافیلوکوک

نقطه شکست قطر منطقه (mm)			
حساسیت	۲۶ میلی‌متر \geq حساس	(۲۳-۲۵) میلی‌متر) نیمه‌حساس	۲۳ میلی‌متر < مقاوم
بغدادیت	-	-	۰

جدول ۳- نتایج آزمون تعیین هاله عدم رشد برای پودر بغدادیت در هر پلیت آزمون توسط باکتری‌های اشرشیاکلاهی

نقطه شکست قطر منطقه (mm)			
حساسیت	۲۶ میلی‌متر \geq حساس	(۲۳-۲۵) میلی‌متر) نیمه‌حساس	۲۳ میلی‌متر < مقاوم
بغدادیت	-	-	$10/1 \pm 0/1$

در برابر باکتری‌های استافیلوکوک ندارد. جهت بهبود خواص آنتی‌باکتریال پودر بغدادیت می‌توان مواد افزودنی همچون نیترات نقره و نیترات روی در هنگام سنتز به آن اضافه شود (۲۵).

۴- نتیجه‌گیری

الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه سنتز شده توسط روش سل-

(-) نشان‌دهنده عدم تأیید نوع حساسیت باکتری نسبت به نمونه می‌باشد.

پودر بغدادیت در برابر باکتری استافیلوکوک و اشرشیاکلاهی به ترتیب دارای قطر هاله عدم رشد معادل صفر میلی‌متر و $10/1 \pm 0/1$ میلی‌متر می‌باشد و بنابراین حساسیت باکتری استافیلوکوک و اشرشیاکلاهی در برابر آن به صورت مقاوم است بنابراین پودر بغدادیت خواص آنتی‌باکتریال مطلوبی به خصوص

ندارد و در برابر باکتری‌های اشرشیاکلاهی تا اندازه کمی هاله تشکیل شده است.

تشکر و سپاسگزاری

این تحقیق حمایت خاصی از مؤسسات عمومی، صنعتی و غیرانتفاعی دریافت نکرده است.

تضاد منافع

نویسندگان مقاله اذعان دارند هیچ نوع تضاد منافی با شخص، شرکت یا سازمانی برای این پژوهش ندارند.

ژل و کلسینه در دمای ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد بیانگر تشکیل فاز خالص بغدادیت می‌باشد. بغدادیت سنتز شده دارای مورفولوژی کلوخه‌ای بوده و اندازه ذرات آن با استفاده نرم‌افزار ImageJ حدود 15 ± 225 نانومتر تخمین زده شد. آزمون EDS بغدادیت سنتز شده بیانگر وجود عناصر O, Si, Zr و Ca می‌باشد و آزمون نقشه رنگی عنصری، پراکندگی یکنواختی از عناصر فوق را نشان می‌دهد. نتایج آزمون طیف تبدیل فوریه مادون قرمز حضور پیوند گروه‌های عاملی بغدادیت را در بازه طول موج $400-4000 \text{ cm}^{-1}$ نیز تأیید کرد. نتایج آزمون تعیین هاله عدم رشد نشان داد که پودر بغدادیت خواص آنتی‌باکتریال مطلوبی ندارد. پودر بغدادیت در برابر باکتری‌های استافیلوکوک مقاومتی

واژه‌نامه

- tissue engineering
- cell proliferation
- cell culture
- biocompatible
- baghdadite: $\text{Ca}_3\text{ZrSi}_2\text{O}_9$
- field emission scanning electron microscopy (FESEM)
- energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS)
- Fourier transform infrared (FTIR)
- Staphylococcus aureus ATCC6538
- Escherichia coli ATCC10536

مراجع

- Vacanti JP, Langer R. Tissue engineering: the design and fabrication of living replacement devices for surgical reconstruction and transplantation. *Lancet*. 1999;354:S32-4.
- Atala A. Tissue engineering and regenerative medicine: concepts for clinical application. *Rejuvenation Res*. 2004;7(1):15-31.
- Murphy S V, Atala A. 3D bioprinting of tissues and organs. *Nat Biotechnol*. 2014;32(8):773-85.
- Bonnans C, Chou J, Werb Z. Remodelling the extracellular matrix in development and disease. *Nat Rev Mol cell Biol*. 2014;15(12):786-801.
- Mironov V, Kasyanov V, Markwald RR. Organ printing: from bioprinter to organ biofabrication line. *Curr Opin Biotechnol*. 2011;22(5):667-73.
- Carter CB, Norton MG. Glass and glass-ceramics. *Ceram Mater Sci Eng*. 2007;379-99.
- Ducheyne P, Hastings GW. Metal and ceramic biomaterials. Vol. 2. CRC Press Boca Raton; 1984.
- Jodati H, Yilmaz B, Evis Z. Calcium zirconium silicate (baghdadite) ceramic as a biomaterial. 2020;46(14):21902-9.
- LeGeros RZ. Properties of osteoconductive biomaterials: calcium phosphates. *Clin Orthop Relat Res*. 2002;395:81-98.
- Ginebra M-P, Traykova T, Planell JA. Calcium phosphate cements as bone drug delivery systems: a review. *J Control release*. 2006;113(2):102-10.
- Dorozhkin S V. Calcium orthophosphate cements for biomedical application. *J Mater Sci*. 2008;43(9):3028-57.
- Hutmacher DW. Scaffolds in tissue engineering bone and cartilage. *Biomaterials*. 2000;21(24):2529-43.
- Fathi M.H, Hanifi A, Mostaghassi B. Properties and Applications of Bioceramic. 2009. 978-600-5442-12-0. (In persian)
- De Aza PN, Fernandez-Pradas JM, Serra P. In vitro bioactivity of laser ablation pseudowollastonite coating. *Biomaterials*. 2004;25(11):1983-90.
- Dimitriev Y, Ivanova Y, Iordanova R. History of sol-gel science and technology. *J Univ Chem Technol Metall*. 2008;43(2):181-92.
- Sadeghpour S, Amirjani A, Hafezi M, Zamanian A. Fabrication of a novel nanostructured calcium zirconium silicate scaffolds prepared by a freeze-casting method for bone tissue engineering. 2014 Dec;40(10):16107-14.
- Ramaswamy Y, Wu C, Van Hummel A, Combes V,

- Grau G, Zreiqat H. The responses of osteoblasts, osteoclasts and endothelial cells to zirconium modified calcium-silicate-based ceramic. *Biomaterials*. 2008;29(33):4392–402.
18. Segal D. Chemical synthesis of ceramic materials. *J Mater Chem*. 1997;7(8):1297–305.
19. Kulakov OB, Doktorov AA, D'iakova S V, Grötz KA. Experimental study of osseointegration of zirconium and titanium dental implants. *Morfologiya*. 2005;127(1):52–5.
20. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999;20(1):1–25.
21. Carano RAD, Filvaroff EH. Angiogenesis and bone repair. *Drug Discov Today*. 2003;8(21):980–9.
22. Ramaswamy Y, Wu C, Van Hummel A, Combes V, Grau G, Zreiqat H. The responses of osteoblasts, osteoclasts and endothelial cells to zirconium modified calcium-silicate-based ceramic. *Biomaterials*. 2008;29(33):4392–402.
23. Chen Y, Roohani-Esfahani S-I, Lu Z, Zreiqat H, Dunstan CR. Zirconium ions up-regulate the BMP/SMAD signaling pathway and promote the proliferation and differentiation of human osteoblasts. *PLoS One*. 2015;10(1):e0113426.
24. Zhu Y, Zhang Y, Wu C, Fang Y, Yang J, Wang S. The effect of zirconium incorporation on the physiochemical and biological properties of mesoporous bioactive glasses scaffolds. *Microporous Mesoporous Mater*. 2011;143(2–3):311–9.
25. Bakhsheshi-Rad HR, Hamzah E, Ismail AF, Aziz M, Hadisi Z, Kashefian M, et al. Novel nanostructured baghdadite-vancomycin scaffolds: In-vitro drug release, antibacterial activity and biocompatibility. *Mater Lett [Internet]*. 2017;209:369–72.
26. Luo T, Wu C, Zhang Y. The in vivo osteogenesis of Mg or Zr-modified silicate-based bioceramic spheres. *J Biomed Mater Res Part A*. 2012;100(9):2269–77.
27. Roohani-Esfahani SI, Dunstan CR, Davies B, Pearce S, Williams R, Zreiqat H. Repairing a critical-sized bone defect with highly porous modified and unmodified baghdadite scaffolds. *Acta Biomater*. 2012;8(11):4162–72.
28. Sadeghzade S, Shamoradi F, Emadi R, Tavangarian F. Fabrication and characterization of baghdadite nanostructured scaffolds by space holder method. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2017;68:1–7.
29. Subramani K, Kolathupalayam Shanmugam B, Rangaraj S, Palanisamy M, Periasamy P, Venkatachalam R. Screening the UV-blocking and antimicrobial properties of herbal nanoparticles prepared from Aloe vera leaves for textile applications. *IET nanobiotechnology*. 2018;12(4):459–65.
30. Luyt AS, Dramićanin MD, Antić Ž, Djoković V. Morphology, mechanical and thermal properties of composites of polypropylene and nanostructured wollastonite filler. *Polym Test*. 2009;28(3):348–56.
31. Bachiller-Baeza B, Anderson JA. FTIR and reaction studies of styrene and toluene over silica-zirconia-supported heteropoly acid catalysts. *J Catal*. 2002;212(2):231–9.