

بررسی زیست فعالی و توانایی رهایش میزان فلوراید کامپوزیت سمان گلاس آینومر / الیاف ابریشم

مینا بهرامی آبادی^{*}، احمد منشی^۱

چکیده

مقدمه: سمان دندانی گلاس آینومر از مهمترین بیومواد ترمیمی مورد استفاده در دندانپزشکی است. هدف اصلی از این پژوهش، ساخت کامپوزیت سمان گلاس آینومر- الیاف ابریشم و بررسی تاثیر افزودن الیاف ابریشم طبیعی صمزدایی شده بر زیست فعالی و مقدار رهایش فلوراید سمان گلاس آینومر بود.

مواد و روش‌ها: در این مطالعه، سمان گلاس آینومر توسط الیاف ابریشم طبیعی تقویت شد. به این منظور الیاف ابریشم طبیعی، صمزدایی شده و با سمان گلاس آینومر تجاری (*Fuji II GC*) با نسبت ۳ درصد وزنی کامپوزیت شد. به منظور بررسی شکل و قطر الیاف و همچنین اثبات حضور فیبروئین در الیاف ابریشم به ترتیب از میکروسکوپ الکترونی روبشی (*Scanning Electron Microscopy*) و طیف سنجی تبدیل فوریه فروسرخ (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) استفاده شد. از بزاق مصنوعی برای بررسی مقدار رهایش فلوراید در یک دوره زمانی ۱۴ روزه و از محلول شبیه‌سازی شده بدن (*Simulated Body Fluid*) برای بررسی زیست فعالی کامپوزیت در دوره‌های زمانی ۱، ۳، ۷، ۱۴ و ۲۱ روز استفاده شد. تحلیل آماری با استفاده از تحلیل واریانس یک سویه (*One Way ANOVA*) انجام شد و تفاوت‌ها بین مقادیر نتایج، در صورتی که $p < 0.05$ *value* بود، معنادار در نظر گرفته شد. تعداد نمونه‌ها ۳ در نظر گرفته شد ($n = 3$).

یافته‌ها: نتایج تصاویر *SEM* و *FTIR* حصول فیبروئین را تایید نمودند. در نتایج آزمون رهایش فلوراید، میزان فلوراید آزاد شده از کامپوزیت کمتر از سمان گلاس آینومر بود. تصاویر *SEM* و *FTIR* حضور کلسیم فسفات را بعد آزمون نشان داده و احتمال زیست فعالی کامپوزیت را تقویت نمودند. اختلاف مقادیر نتایج بین تمامی گروه‌ها بر اساس مطالعات آماری معنادار بود ($p-value < 0.05$).

نتیجه‌گیری: با توجه به محدودیت‌های مطالعه حاضر مجموعه نتایج نشان داد که کامپوزیت سمان گلاس آینومر / الیاف ابریشم نسبت به گلاس آینومر دارای میزان رهایش فلوراید کمتر و دوره رهایش طولانی‌تر بوده و احتمالاً زیست فعالی بیشتری دارد.

کلید واژه‌ها: سمان گلاس آینومر، ابریشم، کامپوزیت، زیست فعالی

*: کارشناسی ارشد مواد، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف‌آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف‌آباد، ایران (مؤلف مسؤول)

۱. استاد، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف‌آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف‌آباد، ایران
minabahrami1989@yahoo.com

این مقاله در تاریخ ۹۴/۲/۲۷ به دفتر مجله رسیده، در تاریخ ۹۴/۴/۲۷ اصلاح شده و در تاریخ ۹۴/۵/۲۷ تأیید گردیده است.

محله دانشکده دندانپزشکی اصفهان، ۳۷۸-۳۶۵، (۵)۱۱، ۱۳۹۴

مقدمه

بر اساس پژوهش قبلی که توسط محققین پژوهش حاضر انجام گردیده بود، افزودن الیاف ابریشم به سمان گلاس آینومر سبب بهبود خواص مکانیکی شد. به طوری که افزودن سه درصد وزنی الیاف ابریشم صمغ‌زدایی شده به سمان گلاس آینومر، باعث افزایش همزمان استحکام فشاری به میزان حدود ۴۴٪، استحکام خمی به میزان حدود ۱۵۷٪ و استحکام کششی قطری به میزان حدود ۶۱٪ شد [۱۱].

هدف از این پژوهش، تهیه کامپوزیت سمان گلاس آینومر-الیاف ابریشم و بررسی تاثیر افزودن الیاف ابریشم صمغ‌زدایی شده بر توانایی میزان رهاش فلوراید و امکان زیست فعالی سمان گلاس آینومر بود.

مواد و روش‌ها

در این تحقیق تجربی (آزمایشی) که در دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف‌آباد و از سال ۹۲-۹۳ انجام شد، جامعه آماری نمونه‌های سیمان گلاس آینومر و کامپوزیت سمان گلاس آینومر/ الیاف ابریشم بودند که تحت آزمون‌های بررسی زیست فعالی و توانایی رهاش میزان فلوراید قرار گرفتند.

تهیه الیاف ابریشم طبیعی صمغ‌زدایی شده:

برای تهیه فیروئین الیاف ابریشم، ابتدا باید سریسین (صمغ ابریشم) از الیاف ابریشم حذف شود. برای صمغ‌زدایی الیاف ابریشم، پیله کرم بومبیکس موری باز و شفیره آن خارج شد. پیله کرم بومبیکس موری از مرکز تحقیقات ابریشم ایران تهیه شد. پیله‌ها در ۷۵۰ میلی‌لیتر کربنات سدیم ۰/۰۲ مولار به مدت یک ساعت قرار داده شد. الیاف به دست آمده سه بار با یک لیتر آب دیونیزه سرد و گرم به خوبی آبکشی و به مدت یک شب در زیر هود خشک شد. الیاف ابریشم پس از صمغ‌زدایی و خشک شدن به صورت الیاف کوتاه و خرد شده مورد استفاده قرار گرفت. به منظور بررسی شکل و تعیین قطر الیاف ابریشم صمغ‌زدایی شده، از میکروسکوپ الکترونی روبشی LEO.435VP، Carl SEM، Zeiss، Germany استفاده شد. به منظور تایید حضور پیوندهای آمنی ویژه پروتئین فیروئین، آزمون طیفسنجی تبدیل فوریه فروسرخ توسط دستگاه طیفسنجی (FTIR، EQUINOX 55، Bruker) در بازه ۴۰۰۰-۵۰۰۰ Cm⁻¹ طبق استاندارد ASTM Germany

سمان گلاس آینومر به طور گسترده‌ای در دندانپزشکی به (Restorative) ترمیمی (Luting) عنوان سمان‌های چسباننده مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱]. سمان (Lining) و آسترکاری گلاس آینومر از واکنش یک شیشه قلیایی با محلول آبی اسید پلی‌اکریلیک تشکیل می‌شود. منشا نام سمان گلاس آینومر، براساس اجزای اصلی تشکیل دهنده آن یعنی شیشه فلورورو آلومیناسیلیکات و اسیدپلیاکریلیک است. خواص آن را می‌توان به قابلیت پیوند شیمیایی با بافت دندان، خاصیت ضدپوسیدگی به دلیل آزادسازی فلوراید، سازگاری حرارتی با مینای دندان به دلیل دارا بودن ضریب انبساط حرارتی مشابه با ساختار دندان، انطباق رنگ با عاج و مینای دندان، حلالیت اندک، ضریب کشسانی مشابه عاج، زیست سازگاری و عدم بروز حساسیت پس از ترمیم بر شمرد. محدودیت‌های آن تردی و چرمگی شکست پایین (خواص مکانیکی ضعیف) است که استفاده از آنها را در کاربردهای تحت تنفس بالا محدود می‌سازد [۲،۳].

در دهه‌های اخیر کامپوزیت‌های تقویت شده با الیاف طبیعی گسترش یافته است. این کامپوزیت‌ها خواص مکانیکی بهتری دارند و باعث افزایش مدول الاستیسیته می‌شوند [۴،۵]. مت Shank از پروتئین‌های رشته‌ای با خواص مکانیکی قابل توجهی است که به شکل الیاف، توسط کرم ابریشم تولید می‌شود [۶]. ابریشم (Bombyx mori) (بومبیکس‌موری خام از Fibroin) دو رشته‌ی بسیار نازک پروتئین به نام فیروئین (Fibroin) تشکیل شده است که ماده چسب مانندی به نام سریسین (Sericin) که آن هم نوعی پروتئین است به شکل غلافی آن را پوشانده است [۷]. استحکام قابل توجه، تعدد مورفولوژی، قابلیت بسیار عالی، پایداری در محیط، تعدد مورفولوژی، قابلیت تجزیه‌پذیری و تخریب‌پذیری طولانی مدت از خواص این پلیمر طبیعی است که باعث شده در طراحی بیومواد و کاربردهای پزشکی نظریه‌مندی بافت، تحقیقات زیادی روی آن انجام گیرد [۸،۹]. در سال‌های اخیر تلاش‌های زیادی در جهت بهبود خواص و عملکرد سمان‌های گلاس آینومر انجام شده است. پژوهشگران متعددی در این زمینه و با ایده‌های مختلف کار کرده‌اند [۱۰، ۱۱].

محلول تازه بzac مصنوعی قرار گرفت. در طول دوره آزمایش، نمونه‌ها در حمام بن ماری با دمای ۳۷ درجه سانتی گراد نگهداری شدند.

پس از خارج کردن نمونه‌ها از لوله‌های آزمایش، غلظت فلوراید محلول بzac مصنوعی به روش پتانسیومتری توسط (PH/ISE, Meter Thermo Orion, USA) و با استفاده از الکترود اختصاصی یون فلوراید (Fluoride Combination Electrode, 96-09, Thermo Fisher Scientific, USA) محلول بافر TISAB u(Thermo Orion, USA) استفاده شد [۱۱].

آزمون بررسی زیست فعالی

به منظور بررسی رفتار زیست فعالی و به صورت دقیق‌تر، قابلیت تشکیل کربنات هیدروکسی آپاتیت در سطح نمونه‌ها، در شرایط آزمایشگاهی از محلول شبیه‌سازی شده بدن (Simulated Body Fluid, SBF, NikCeram, Iran) استفاده شد. به منظور ساخت محلول شبیه‌سازی شده بدن از روش ارائه شده توسط Kokubo استفاده شد [۱۴]. پس از تهیه محلول شبیه‌سازی شده بدن، یک نمونه سمان گلاس آینومر (به عنوان نمونه شاهد) و یک نمونه کامپوزیت حاوی سه درصد الیاف ابریشم برای هر دوره به صورت استوانه‌هایی با قطر ۴ و ارتفاع ۶ میلی‌متر آماده سازی شده و درون محلول شبیه‌سازی شده بدن در دوره‌های زمانی ۱، ۳، ۷، ۱۴ و ۲۱ روز قرار گرفت. در این آزمون، با توجه به اینکه بررسی زیست فعالی به صورت کیفی بوده و رفتار زیست فعالی سیمان گلاس آینومر نسبت به کامپوزیت سمان گلاس آینومر/الیاف ابریشم مقایسه می‌شود از یک نمونه سمان گلاس آینومر (به عنوان نمونه شاهد) و یک نمونه کامپوزیت حاوی سه درصد الیاف ابریشم استفاده شد. ظروف در حمام آب گرم با دمای ثابت ۳۷ درجه سانتی‌گراد قرار گرفتند. پس از کامل شدن دوره‌های زمانی مذکور، ظروف مربوطه از حمام آب خارج شده و نمونه‌ها با آب مقطر شسته شده و جهت خشک شدن در آون قرار داده شدند. برای بررسی پیوندها و بنیان‌های موجود، قبل و بعد از قرار گرفتن نمونه‌ها در محلول شبیه‌سازی (FTIR: ۱۴۰۰-۴۰۰۰ Cm⁻¹, JASCO, Japan)

E1252-07 انجام شد. برای بررسی میزان بلورینگی فیبروئین حاصل شده بعد از عملیات صمغ زدایی، آزمون پراش پرتو ایکس توسط دستگاه پراش پرتو ایکس با مشخصات دستگاهی (XRD, SIMENS D5000, Germany) در بازه $2\theta=5^{\circ}-70^{\circ}$ انجام شد [۱۱، ۱۲].

ساخت کامپوزیت سمان گلاس آینومر - الیاف

ابریشم:

سمان گلاس آینومر تجاری (Fuji II, GC International, Tokyo, Japan) سمان گلاس آینومر/الیاف ابریشم با افزودن ۳ درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی صمغ زدایی شده به پودر سمان تهیه شد. سپس ۲/۷ مایع پلیمری سیمان اضافه گردید. نسبت پودر به مایع برابر با ۱/۷ به یک و نحوه اختلاط، مطابق با دستور العمل کارخانه سازنده و تحت شرایط وزمان توصیه شده بود. پودر و مایع توسط یک اسپاتول فلزی بر روی صفحه شیشه‌ای مخلوط شدند. خمیر به دست آمده به درون قالب‌هایی از جنس آلومینیوم انتقال یافت. نمونه‌ها بعد از خشک شدن کامل از قالب‌ها خارج شده و برای انجام آزمون‌های مربوطه مورد استفاده قرار گرفتند [۱۱].

آزمون توانایی رهایش میزان فلوراید:

به منظور بررسی تاثیر افزودن الیاف ابریشم طبیعی صمغ زدایی شده بر میزان رهایش فلوراید کامپوزیت سمان گلاس آینومر/الیاف ابریشم، از آزمون رهایش فلوراید استفاده شد. بدین منظور، سه نمونه سمان گلاس آینومر (به عنوان نمونه شاهد) و سه نمونه کامپوزیت حاوی سه درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی مورد آزمایش قرار گرفت و نتایج به صورت میانگین و انحراف معیار گزارش شد. نمونه‌ها به صورت نمونه‌های استوانه‌ای شکل با قطر ۴ و ارتفاع ۶ میلی‌متر آماده سازی شدند. این آزمون در یک دوره ۱۴ روزه انجام شد بدین ترتیب که ابتدا هر نمونه به صورت مجزا در یک لوله آزمایش حاوی بzac مصنوعی (Artificial Saliva, NikCeram, Iran) قرار داده شد. ترکیب شیمیایی بzac مصنوعی استفاده شده در جدول ۱ ارائه شده است [۱۳]. میزان فلوراید آزاد شده پس از روزهای اول، سوم، هفتم و چهاردهم غوطه وری اندازه‌گیری و ثبت شد. در پایان هر کدام از دوره‌ها هر نمونه پس از خروج از لوله آزمایش، ابتدا با آب مقطر شستشو داده شده و پس از خشک شدن در

الیاف ابریشم طبیعی صمغ‌زدایی شده در جدول ۲ و نمودار ۳ آورده شده است. همان‌گونه که نمودار ۳ نشان می‌دهد نمودارهای میزان فلوراید آزاد شده بر حسب زمان برای سمان گلاس آینومر و همچنین کامپوزیت سمان گلاس آینومر / الیاف ابریشم حاوی سه درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی صمغ‌زدایی شده، الگوی مشابهی را دنبال می‌کند. در هر دو نمودار، بیشترین میزان فلوراید آزاد شده در روز اول غوطه‌وری مشاهده می‌شود و با گذشت زمان میزان فلوراید رها شده از نمونه‌ها کاهش می‌یابد، به گونه‌ای که بیشترین آهنگ کاهش رهایش فلوراید از نمونه‌ها در هفته اول مشاهده می‌شود. غلظت یون فلوراید در روز چهاردهم در هر دو نمودار افزایش می‌یابد. همچنین میزان فلوراید آزاد شده از سمان گلاس آینومر، در دوره‌های روز اول، سوم و هفتم بیشتر از نمونه کامپوزیتی است. بر اساس مطالعات آماری انجام شده با استفاده از تحلیل واریانس یک سویه، اختلاف مقادیر نتایج بین تمامی گروه‌ها از نظر آماری معنادار بود ($P-value < 0.05$). به این صورت که در سمان گلاس آینومر میانگین غلظت فلوراید در روز اول با روزهای سوم، هفتم و چهاردهم اختلاف معنی‌داری وجود دارد.

($P-value = 0.0001$) میانگین غلظت فلوراید در بقیه روزها با هم تفاوت معنی‌داری ندارد. در کامپوزیت سمان گلاس آینومر / الیاف ابریشم نیز میانگین غلظت فلوراید در روز اول با روزهای سوم، هفتم و چهاردهم اختلاف معنی‌داری وجود دارد.

($P-value = 0.013$) میانگین غلظت فلوراید در بقیه روزها با هم تفاوت معنی‌داری ندارد.

همچنین برای یافتن اینکه در هر روز میزان غلظت فلوراید در سمان گلاس آینومر و کامپوزیت سمان گلاس آینومر / الیاف ابریشم با هم تفاوت دارد، جداگانه از آنالیز واریانس یک طرفه برای هر روز استفاده شد. نتایج نشان داد در روز اول، سوم، هفتم و چهاردهم بین غلظت فلوراید در سمان گلاس آینومر و کامپوزیت سمان گلاس آینومر / الیاف ابریشم تفاوت معنی‌داری وجود ندارد.

مقدار P در روز اول > 0.05 , $P-value = 0.074$, روز سوم $P-value = 0.069$, > 0.05 , روز هفتم $P-value = 0.0795$, روز نهم $P-value = 0.05$, روز چهاردهم $P-value = 0.0786$, گزارش شد.

استفاده شد. این روش می‌تواند در جهت اثبات تشکیل کربنات هیدروکسی آپاتیت بر سطح نمونه‌ها پس از زمان‌های مختلف غوطه‌وری از طریق اثبات حضور گروه‌های عاملی $O-H$, $O-O$ و $C-O$ مورد استفاده قرار گیرد [۱۱]. به منظور مشاهده مورفو‌لوژی آپاتیت‌های تشکیل شده بیولوژیک در سطح نمونه‌ها، که در اثر رخداد پدیده‌های فوق اشباع و رسوب در فصل مشترک محلول شیوه سازی شده بدن و نمونه غوطه‌ور شده بر سطح نمونه تشکیل می‌شوند، از میکروسکوپ الکترونی رویشی (SEM, LEO.435VP, Carl Zeiss, Germany) استفاده شد.

برای مشخص شدن این امر که بین گروه‌های آماری مورد مطالعه در آزمون توانایی رهایش میزان فلوراید، تفاوت معناداری وجود دارد یا خیر، تحلیل آماری با استفاده از تحلیل واریانس یک سویه (One Way ANOVA) انجام شد و تفاوت‌ها بین مقادیر نتایج در صورتی که $p-value < 0.05$ بود، از نظر آماری معنادار در نظر گرفته شد.

یافته‌ها

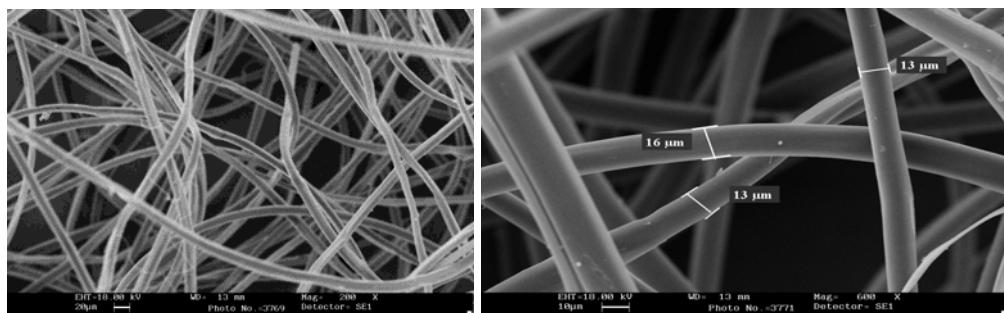
تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی الیاف ابریشم طبیعی پس از عملیات صمغ‌زدایی در شکل ۱ نشان داده شده است. با توجه به شکل، اندازه قطر الیاف ابریشم صمغ‌زدایی شده به طور متوسط در حدود $13\text{ }\mu\text{m}$ تا $16\text{ }\mu\text{m}$ میکرومتر محاسبه شد. نمودار ۱ و ۲ نیز به ترتیب نتایج آزمون FTIR و آزمون پراش پرتو ایکس الیاف ابریشم صمغ‌زدایی شده را نشان می‌دهد. حضور بارز باندهای آمید I در 1655 cm^{-1} , آمید II در 1699 cm^{-1} و 1530 cm^{-1} و آمید III در 1239 cm^{-1} , در طیف FTIR الیاف ابریشم صمغ‌زدایی شده، وجود پروتئین در ساختار رشته‌ای الیاف ابریشم را تایید می‌کند. در آزمون پراش پرتو ایکس، دو پیک قوی مربوط به فیبروئین بعد از عملیات صمغ‌زدایی در 140° و $16.5^\circ = 2\Theta$ قابل مشاهده است. این زوایا بیانگر ساختار II هستند. این ساختار در واقع ساختار اصلی فیبروئین می‌باشد. نتایج حاصل از آزمون توانایی رهایش میزان فلوراید به روش پتانسیومتری، پس از 14 روز غوطه‌وری نمونه‌ها در محلول بناق مصنوعی برای سمان گلاس آینومر و همچنین کامپوزیت سمان گلاس آینومر - الیاف ابریشم حاوی سه درصد وزنی

خصوص سمان گلاس آینومر، پیکهای جذبی مخصوص الیاف ابریشم طبیعی صمغ زدایی شده را نیز نشان می‌دهد. شکل‌های ۲ و ۳، تغییرات مورفولوژی سطحی سیمان گلاس آینومر و همچنین کامپوزیت سمان گلاس آینومر-الیاف ابریشم حاوی سه درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی صمغ زدایی شده را بعد از زمان‌های مختلف غوطه‌وری (۰-۱۴ روز) در محلول شبیه‌سازی شده بدن نشان می‌دهد. همانگونه که در تصاویر قابل مشاهده است، سطح نسبتاً صاف و یکنواخت نمونه‌ها پس از غوطه‌وری به صورت متخلخل و غیر یکنواخت درآمده است. به نظر می‌رسد ذرات پراکنده با رنگ روشن‌تر از زمینه، ذرات آپاتیت هستند که از محلول شبیه‌سازی شده بدن بر روی سطح سمان رسوب کرده‌اند.

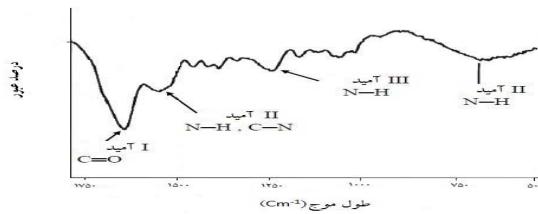
نمودار ۴، طیف تبدیل فوریه فروسرخ سمان گلاس آینومر و همچنین کامپوزیت سمان گلاس آینومر- الیاف ابریشم حاوی سه درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی صمغ زدایی شده را پس از زمان‌های مختلف غوطه‌وری (۰-۱۴ روز) در محلول شبیه‌سازی شده بدن نشان می‌دهد. همان گونه که در نمودار ۴ الف مشاهده می‌شود، طیف به دست آمده برای سمان گلاس آینومر، پیش از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن، پیکهای جذبی مخصوص سمان گلاس آینومر خالص را نشان می‌دهد در حالی که طیف به دست آمده برای کامپوزیت سمان گلاس آینومر- الیاف ابریشم حاوی سه درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی صمغ زدایی شده، پس از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن (نمودار ۴ ب) علاوه بر پیکهای جذبی

جدول ۱: ترکیب شیمیایی بzac مصنوعی [۱۳].

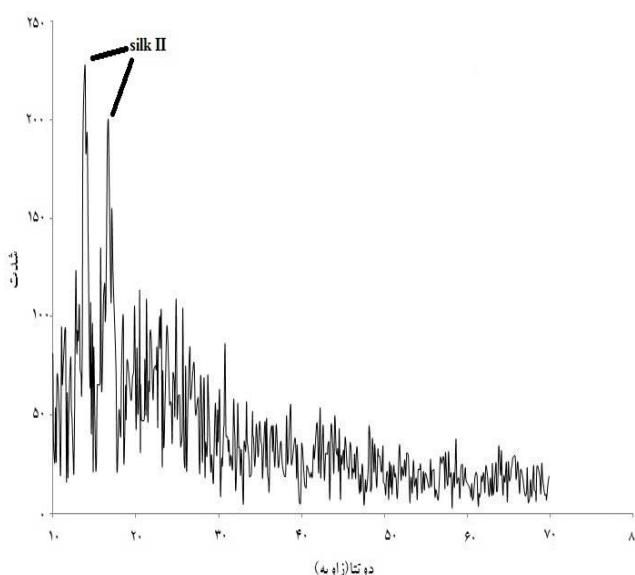
ردیف	مواد اولیه
۱	<i>KCl</i>
۲	<i>KSCN</i>
۳	<i>NaCl</i>
۴	<i>KH₂PO₄</i>
۵	<i>Na₂SO₄.10H₂O</i>
۶	<i>NH₄Cl</i>
۷	<i>CaCl₂.2H₂O</i>
۸	<i>NaHCO₃</i>
۹	<i>Urea</i>



شکل ۱: تصاویر میکروسکوپ الکترونی رو بشی از الیاف ابریشم صمغ زدایی شده در بزرگنمایی ۲۰۰ و ۶۰۰ برابر



نمودار ۱: طیف سنجی تبدیل فوریه فروسرخ الیاف ابریشم طبیعی بعد از عملیات صمزدایی.

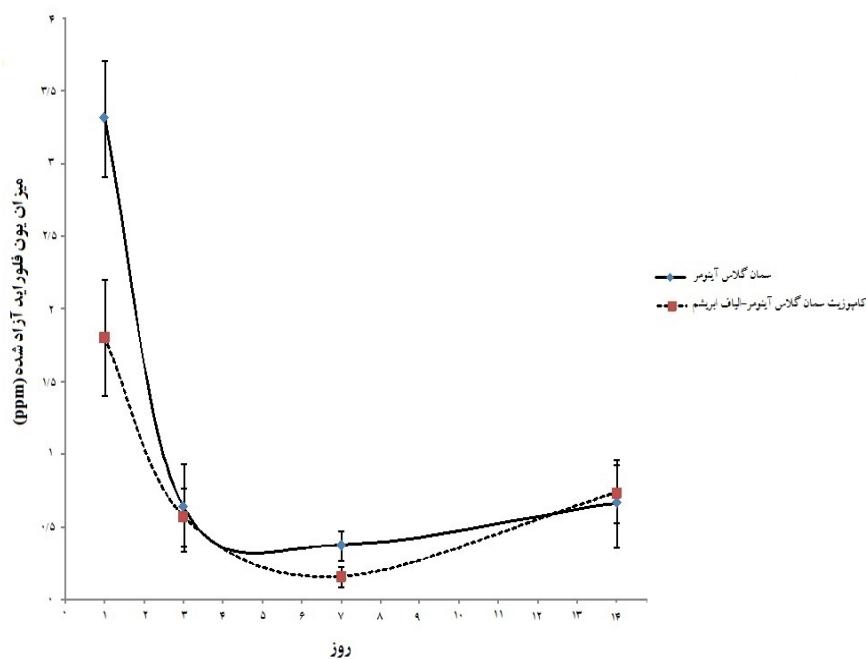


نمودار ۲: الگوی پراش پرتو ایکس الیاف ابریشم طبیعی بعد از عملیات صمزدایی.

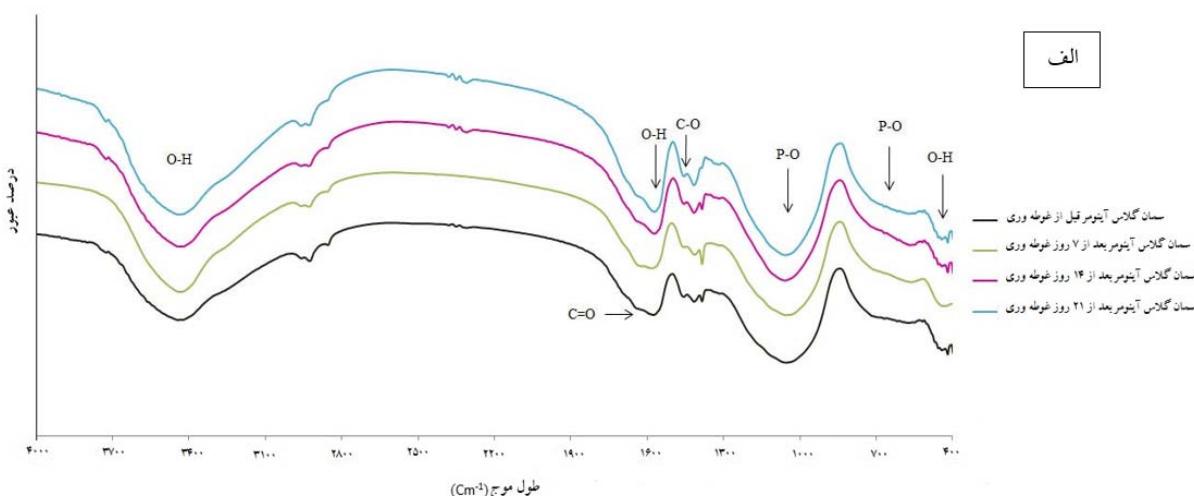
جدول ۲. میزان فلوراید آزاد شده از سمان گلاس آینومر و کامپوزیت سمان گلاس آینومر-الیاف ابریشم حاوی سه درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی صمزدایی شده بر حسب ppm در طی ۱۴ روز غوطه‌وری در بzac مصنوعی (نتایج به صورت میانگین و انحراف معیار گزارش شد)

<i>P</i> -value	غلظت فلوراید(ppm) در روزهای اندازه گیری مختلف				درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی
	۱۴	۷	۳	۱	
۰/۰۰۰۱*	۰/۶۶۲±۰/۳	۰/۴۷۱±۰/۱	۰/۶۳۳±۰/۳	۳/۳۱±۰/۴	*
۰/۰۱۳*	۰/۷۳۰±۰/۲	۰/۱۵۴±۰/۰۷	۰/۵۶۸±۰/۲	۱/۸±۰/۴	۳

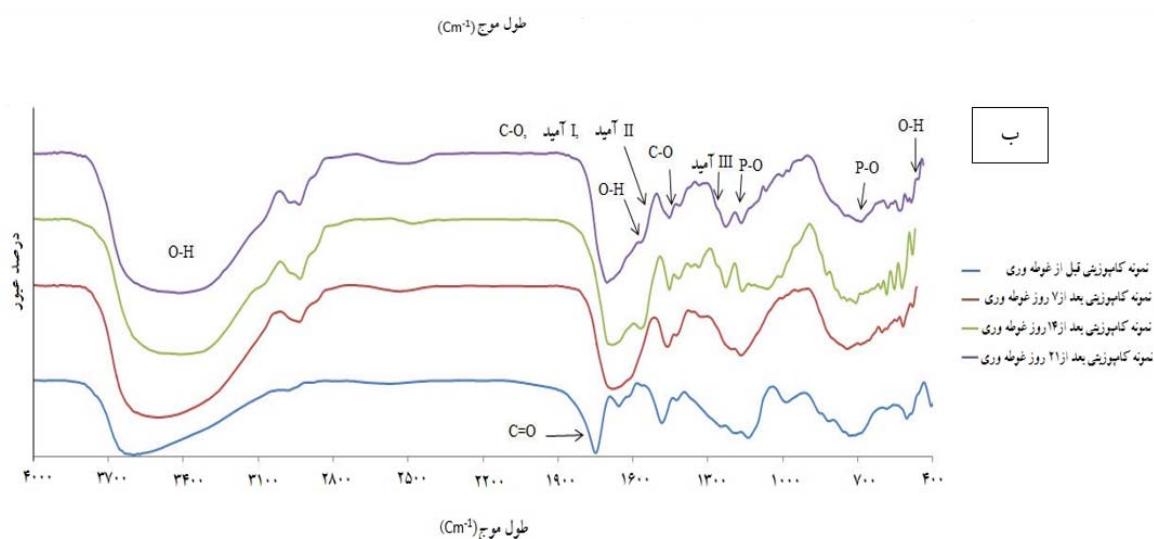
۰ اختلاف معنی دار غلظت فلوراید در سمان گلاس آینومر و کامپوزیت سمان گلاس آینومر-الیاف ابریشم بین روز اول با بقیه روزها



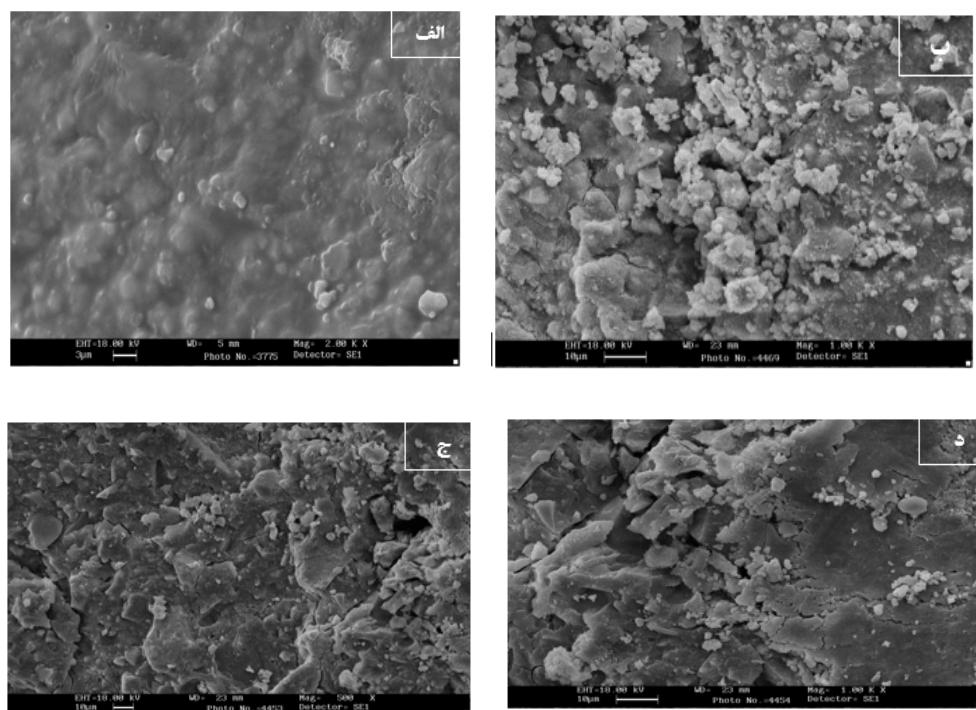
نمودار ۳. میزان فلوراید آزاد شده سمان گلاس آینومر و کامپوزیت سمان گلاس آینومر-الیاف ابریشم حاوی سه درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی بر حسب ppm در طی ۱۴ روز غوطه‌وری در براق مصنوعی.



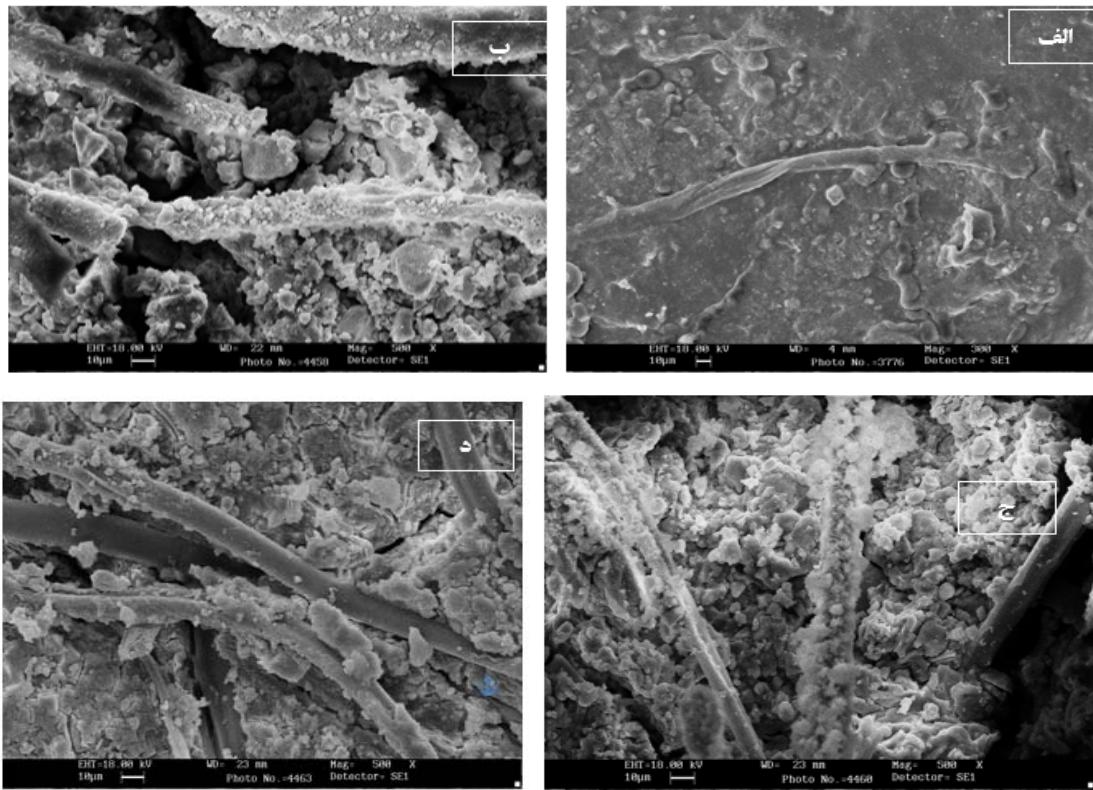
نمودار ۴. طیف تبدیل فوریه فروسرخ بعد از زمانهای مختلف غوطه وری در محلول شبیه سازی شده بدن: (الف) سمان گلاس آینومرب



نمودار ۴ . طیف تبدیل فوریه فروسرخ بعد از زمانهای مختلف غوطه وری در محلول شبیه سازی شده بدن: ب) کامپوزیت سمان گلاس آینومر- الیاف ابریشم حاوی سه درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی صمغ زدایی شده



شکل ۲. تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی سمان گلاس آینومر الف) قبل از غوطه وری و پس از ب) سه روز ج) هفت روز و د) چهارده روز غوطه وری در محلول شبیه سازی شده بدن.



شکل ۲. تصاویر میکروسکوپ الکترونی رو بشی کامپوزیت سمان گلاس آینومر-الیاف ابریشم حاوی سه درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی صمغ زدایی شده (الف) قبل از غوطه وری و پس از (ب) سه روز (ج) هفت روز و (د) چهارده روز غوطه وری در محلول شبیه سازی شده بدن.

نشان می‌دهد که در آن صفحات کریستالی بتا شیت توسط رشته‌های رندوم کویل (سیم پیچ) (*Bobine*) به هم متصل شده‌اند و ساختار نیمه بلورین پروتئین فیبروئین را شکل داده اند. این نتایج نیز با پژوهش انجام شده توسط میینی و همکاران مطابقت داشت [۵].

بررسی توانایی رهایش میزان فلوراید

در مطالعاتی که بر روی خاصیت رهایش فلوراید از سمان گلاس آینومر انجام شده است، الگوی آزادسازی فلوراید از ترکیبات مختلف سمان گلاس آینومر، به صورتی که در نمودار ۳ ملاحظه شد، گزارش شده است و از این نظر تشابه زیادی دیده می‌شود [۱۶]. نتایج بدست آمده در این مطالعات، نشان داد که روند آزاد شدن فلوراید در طی دو مرحله انجام می‌شود. ابتدا یک

بحث

مشخصه یابی و بررسی خواص الیاف ابریشم طبیعی صمغ زدایی شده

بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی رو بشی به دست آمده از الیاف ابریشم، نشان می‌دهد که عملیات صمغ زدایی انجام شده، سریسین الیاف حذف شده و فیبروئین خالص بدست آمده است. این نتایج با پژوهش‌های *Altman* و همکاران [۱۲] و میینی و همکاران [۱۵] مطابقت داشت. نتیجه بررسی ساختاری (طیف‌ستجی تبدیل فوریه فروسرخ) الیاف ابریشم صمغ‌زدایی شده نشان دهنده وجود پروتئین در ساختار رشته‌ای الیاف ابریشم است و این اطمینان حاصل می‌شود که پروتئین حاضر فیبروئین است. بررسی الگوی پراش پرتو ایکس، ساختار اصلی فیبروئین را

زمان در کل دوره اندازه‌گیری کمتر از سمان گلاس آینومر است که منجر به طولانی‌تر شدن دوره رهایش می‌شود. اگر به نحوی آزادسازی فلوراید در ترکیبات سمان گلاس آینومر در مدت طولانی‌تری فراهم شود و به عبارت دیگر این ترکیبات به عنوان مخزنی برای فلوراید عمل کنند می‌توانند به نحو مؤثرتری در ترمیم دندان‌های افراد حساس به پوسیدگی، بخصوص کودکان مورد استفاده قرار گیرند. به نظر می‌رسد یکی از دلایل افزایش غلظت فلوراید در روز چهاردهم برای سمان گلاس آینومر و نمونه کامپوزیتی فواصل و دوره‌های زمانی باشد. بیشترین میزان فلوراید در ۲۴ ساعت اول آزاد شده و با گذشت زمان یک هفته میزان فلوراید رها شده از نمونه‌ها کاهش می‌یابد و در روز هفتم به میزان کمی می‌رسد. در روز چهاردهم به دلیل گذشت دوره زمانی طولانی‌تر (هفت روز)، میزان فلوراید بیشتری نسبت به روز هفتم آزاد شده و غلظت یون فلوراید در روز چهاردهم اندکی افزایش می‌یابد.

یکی از مهم‌ترین عوامل در رهایش فلوراید تخلخل است که بر مقدار و شدت آزادسازی فلوراید از سمان تاثیرگذار است. به طور کلی میزان بالای تخلخل، باعث افزایش ورود محلول به زمینه سمان گلاس آینومر شده و در نتیجه امکان جابجایی و تعویض یون‌های هیدروکسیل از محیط آبی با یون‌های فلوراید موجود در ساختار شیشه فراهم می‌شود [۱۶]. افودن الیاف ابریشم به جزء سرامیکی سمان گلاس آینومر، منجر به توزیع وسیع‌تر اندازه ذرات در ساختار سیمان می‌شود که این امر، تراکم بیشتر ذرات پودر مخلوط شده با زمینه پلیمری سمان را به همراه خواهد داشت. بدین ترتیب الیاف ابریشم قادر بوده فضاهای خالی میان ذرات شیشه‌ای سمان گلاس آینومر را پر کرده و از میزان تخلخل موجود در سمان بکاهد [۵۹، ۱۱-۲۰]. بنابراین، وجود تخلخل کمتر در کامپوزیت سمان گلاس آینومر-الیاف ابریشم نسبت به سمان گلاس آینومر خالص باعث نفوذ کمتر محلول بزاق مصنوعی در کامپوزیت و به دنبال آن رهایش کمتر یون‌های فلوراید به داخل محلول می‌شود.

بررسی و مطالعه رفتار زیست فعالی

در بررسی طیف FTIR سمان گلاس آینومر قبل از غوطه وری در محلول شبیه سازی شده بدن (نمودار ۴ الف)، پیک‌های مشاهده شده در طول موج‌های محدوده $600\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ و

آزادسازی سریع و کوتاه مدت که عمدتاً در ۲۴ ساعت ابتدایی صورت می‌گیرد و سپس یک رهایش تدریجی و طولانی مدت رخ می‌دهد. از این مطالعات می‌توان نتیجه گرفت که هرچند میزان فلوراید آزاد شده در روزهای اول بیشترین مقدار خود را دارد ولی حداقل تا ۲ سال ادامه دارد و میزان آن در حدی است که از عود پوسیدگی و کلسیم زدایی مینای نواحی مجاور جلوگیری کند. این پدیده با خاصیت ضد پوسیدگی سیمان گلاس آینومر به دلیل رهایش مقدار کم اما طولانی مدت فلوراید از آن سازگار می‌باشد. مکانیزم آزاد شدن فلوراید بسیار پیچیده است. ولی عامل اصلی، نفوذ است که نرخ آن نابغ عکس جذر زمان است. رهایش فلوراید از سیمان گلاس آینومر به طور عمده از زمینه سیمان است. هرچه ضخامت گلاس آینومر بیشتر باشد آزادسازی یون فلوراید از آن بیشتر می‌شود. تمامی مقادیر فلوراید موجود در نمونه قابلیت آزاد شدن را ندارد. فلوراید به صورت نمک سدیم فلوراید و مقدار خیلی جزئی به صورت کلسیم فلوراید از گلاس آینومر آزاد می‌گردد. همچنین سدیم فلوراید بیشتر از قسمت زمینه سمان گلاس آینومر آزاد می‌گردد. هر چه میزان سدیم و کلسیم برای پیوند با فلوراید بیشتر در دسترس باشد، رهایش فلوراید از سمان بیشتر می‌شود. زمانی که سمان در محلول بزاق مصنوعی قرار می‌گیرد، بخشی از یون‌های فلوراید در ساختار شیشه با گروه‌های هیدروکسیل محيط آبی اطراف تعویض شده که این امر باعث افزایش در مقدار فلوراید محیط می‌شود. در این حالت یون‌های فلوراید آزاد شده در محیط به طور مجدد با یون‌های هیدروکسیل موجود در آپاتیت مینا تعویض شده و بدین ترتیب، وجود مقدار زیاد فلوراید در سطح مینا باعث بالا رفتن مقاومت مینا به اسیدهای پلاک (جرمی) که روی دندان تشکیل می‌شود) می‌گردد که این به علت پایداری بالاتر فلوراید در مقایسه با هیدروکسیل در محيط‌های بیولوژیکی می‌باشد [۱۷، ۱]. با توجه به نمودار ۳، رهایش بالای فلوراید در روز اول و در ادامه رهایش آهسته و پیوسته آن از کامپوزیت با گذشت زمان، نشان می‌دهد حضور الیاف ابریشم طبیعی در ساختار سمان گلاس آینومر مداخله زیادی در توانایی سمان گلاس آینومر در رهایش فلوراید ندارد و به طور تقریبی هر دو نمودار روند مشابهی را دنبال می‌کنند. همچنین با توجه به نمودار، میزان رهایش فلوراید کامپوزیت سمان گلاس آینومر-الیاف ابریشم بر حسب

پس از غوطه‌وری در محلول شبیه‌سازی شده بدن برای نمونه کامپوزیتی، مشابه با سمان گلاس آینومر خالص می‌باشد. در این جا هم ملاحظه می‌شود با افزایش زمان غوطه‌وری، شدت پیک‌های $O-H$, $P-O$ و $C-O$ که در ساختار سمان گلاس آینومر و هیدروکسی آپاتیت مشترک هستند، افزایش می‌یابد که این امر به دلیل خاصیت زیست فعالی کامپوزیت سمان گلاس آینومر- الیاف ابریشم و در نتیجه تشکیل کربنات هیدروکسی آپاتیت بر سطح کامپوزیت می‌باشد.

بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی شکل‌های ۲ و ۳ نشان می‌دهد که پس از غوطه‌وری هر دو گروه از نمونه‌ها در محلول شبیه سازی شده بدن، در ابتدا جوانه‌های کلسیم فسفاتی پس از یک روز غوطه‌وری، در سطح سمان و بر روی الیاف تشکیل شده‌اند. با افزایش زمان غوطه‌وری، تراکم جوانه‌ها در سطح افزایش می‌یابد. به طوری که به نظر می‌رسد پس از گذشت زمان جوانه‌ها با یکدیگر پیوند خورده و لایه‌ای از آپاتیت سطح را می‌پوشاند.

همانگونه که در تصاویر قابل مشاهده است سطح نسبتاً صاف و یکنواخت نمونه‌ها پس از غوطه‌وری به صورت متخلخل و غیر یکنواخت درآمده است. در واقع با گذشت مدت زمان غوطه‌وری، یون‌های کلسیم از محلول شبیه سازی شده بدن با گروه‌های $-Si$ و $COOH$ و OH موجود در سمان گلاس آینومر پیوند می‌دهند و کمپلکس‌های غنی از کلسیم را تشکیل می‌دهند. در نهایت به نظر می‌رسد این کمپلکس‌ها منجر به تشکیل لایه‌هایی از آپاتیت بر روی سطح نمونه شده‌اند [۲۱].

از آنجا که سمان گلاس آینومر به عنوان یک سرامیک زیست فعال (گلاس A) شناخته نمی‌شود، رسوب کم ترکیبات آپاتیت بر روی آن قابل توجیه است (شکل ۲). با توجه به خواص الیاف ابریشم، به نظر می‌رسد، وجود این ماده در گلاس آینومر می‌تواند باعث بهبود زیست فعالی سمان گلاس آینومر در محلول شبیه سازی شده بدن شود (شکل ۳).

خاقانی و همکاران گزارش کردند افزودن بیوسرامیک هیدروکسی آپاتیت به سمان گلاس آینومر موجب بهبود زیست فعالی می‌شود [۲۱]. سیدان و همکاران نیز گزارش کردند افزودن نانوذرات فورستریت به سمان گلاس آینومر باعث افزایش زیست فعالی و کاهش میزان رهایش فلوراید می‌شود [۱۶]. همان

$^{1100-950}$ مربوط به گروه عاملی فسفات (PO_4^{3-}) می‌باشد. همچنین پیک‌های ایجاد شده در محدوده $1440-1335\text{ cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاشات مقارن گروه عاملی کربنات (COO^-) نمک‌های کربوکسیلیک اسید می‌باشد. این باندها شان دهنده انجام واکنش اسید و باز سمان در حین اختلاط پودر و مایع می‌باشد. پیک آشکار شده در طول موج‌های $1700-1725\text{ cm}^{-1}$ ارتعاش کشنشی گروه کربوکسیل ($COOH$) موجود در مایع پلیمری (پلی‌اکریلیک اسید) را نشان می‌دهد. پیک‌های مشاهده شده در طول موج‌های $3500-3820\text{ cm}^{-1}$ و 474 نیز مربوط به گروه عاملی هیدروکسیل (OH^-) می‌باشد [۱۶، ۲۱].

نتایج به دست آمده از طیفسنجی تبدیل فوریه فروسرخ سمان گلاس آینومر قبل از غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن نشان می‌دهد که باندهای مشخصه هیدروکسی آپاتیت یعنی $H-O$, $P-O$ و $C-O$ در ساختار سمان حضور دارند و سمان گلاس آینومر از زیست فعالی مناسبی برخوردار است [۱۶].

بعد از غوطه‌وری سمان گلاس آینومر در محلول شبیه سازی شده بدن، پیک‌های جذب مربوط به گروه عاملی کربوکسیل ($COOH$) موجود در مایع پلیمری کاهش می‌یابد که ناشی از رهایش پلی‌اکریلیک اسید به داخل محلول می‌باشد. با افزایش زمان غوطه‌وری سمان گلاس آینومر انتظار می‌رود که شدت پیک‌های فسفاتی افزایش یابد که این امر به دلیل خاصیت زیست فعالی سمان گلاس آینومر و در نتیجه تشکیل کربنات هیدروکسی آپاتیت بر سطح سمان می‌باشد و با توجه به شکل گذشت پیک‌های فسفاتی با گذشت زمان افزایش نسبی داشته است [۲۱].

طیف به دست آمده برای کامپوزیت سمان گلاس آینومر- الیاف ابریشم حاوی سه درصد وزنی الیاف ابریشم طبیعی صمغ‌زادایی شده پیش از غوطه‌وری در محلول شبیه سازی شده بدن (نمودار ۴ ب)، علاوه بر پیک‌های جذبی مخصوص سمان گلاس آینومر، پیک‌های جذبی مخصوص الیاف ابریشم طبیعی صمغ‌زادایی شده را نیز نشان می‌دهد. پیک‌های مشاهده شده در طول موج 1656 cm^{-1} مربوط به آمید I 1563 cm^{-1} مربوط به آمید II و 1242 cm^{-1} مربوط به آمید III در الیاف ابریشم طبیعی صمغ‌زادایی شده می‌باشند [۵]. سایر پیک‌ها در زمان‌های قبل و

زمان کارکردن و آزمون مقاومت به سایش قرار گیرد می‌تواند گزینه مناسبی در دندانپزشکی باشد.

از محدودیت‌های این مطالعه می‌توان به عدم دسترسی به نانوالیاف ابریشم اشاره کرد. به نظر می‌رسد در بررسی تاثیر افزودن نانو الیاف ابریشم طبیعی صمع‌زدایی شده بر زیست فعالی و مقدار رهایش فلوراید سمان گلاس آینومر، نتایج بهتری به دست آمده و نیز حالت مقایسه‌ای بین الیاف و نانو الیاف به دست خواهد آمد.

نتیجه‌گیری

با توجه به محدودیت‌های این مطالعه می‌توان نتیجه گرفت درمان بیماری‌های پریodontal موجب افزایش کیفیت زندگی می‌شود.

References

1. Nourmohammadi J, Salarian V, Solati-Hashjin M, Moztarzadeh F. Dissolution behavior and fluoride release from new glass composition used in glass ionomer cements. *Ceram Int* 2007; 33(4): 557–61.
2. Moshaverinia A, Roohpour N, Chee WWL, Schricker SR. A review of powder modifications in conventional glassionomer dental cements. *J Mat Chem* 2011; 21(5): 1319–28.
3. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater* 2000; 16(2): 129–38.
4. Silva RM, Santos PHN, Souza LB, Dumont VC, Soares JA, Santos MH. Effects of cellulose fibers on the physical and chemical properties of glass ionomer dental restorative materials. *Materials Research Bulletin* 2012; 48(1): 118–26.
5. Mobini S, Hoyer B, Solati-Hashjin M, Lode A, Nosoudi N, Samadikuchaksaraei A, et al. Fabrication and characterization of regenerated silk scaffolds reinforced with natural silk fibers for bone tissue engineering. *Journal of Biomedical Materials Research* 2013; 101A (8): 2392–04.
6. Saleh Alavi GH. *Introduction to silk*. Kashan: Morsal Co; 2009. pp. 1–20.
7. Vepari C, Kaplan DL. Silk as a biomaterial. *Prog Polym Sci* 2007; 32(8–9): 991–1007.
8. Keten S, Xu Z, Ihle B, Buehler MJ. Nanoconfinement controls stiffness, strength and mechanical toughness of Bsheet Crystals in silk. *Nat Mater* 2010; 9(4): 359–67.
9. Moshaverinia A, Ansari S, Moshaverinia M, Roohpour N, Darr A, Rehman I. Effects of incorporation of hydroxyapatite and fluoroapatite nanobioceramics into conventional glass ionomer cements. *Acta Biomater* 2008; 4(2): 432–40.
10. Mazzaoui SA, Burrow MF, Tyas MJ, Dashper SG, Eakins D, Reynolds EC. Incorporation of Casein Phosphopeptide-Amorphous Calcium Phosphate into a Glass-ionomer Cement. *J Dent Res* 2003; 82(11): 914–8.
11. Bahrami Abadi M. Studying the production of Glass ionomer-silk fiber composite for biomaterial application. [Thesis]. Isfahan: Iran, Department of Materials Engineering, Islamic Azad University of Najaf Abad; 2014.
12. Altman GH, Diaz F, Jakuba C, Calabro T, Horan RL, Chen J, et al. Silk-based biomaterials. *Biomaterials* 2003; 24(3): 401–16.
13. Gal JY, Fovet Y, Adib-Yadzi M. About a synthetic saliva for in vitro studies. *Talanta* 2001; 53(6): 1103–15.
14. Kokubo T, Takadama H. How useful in SBF in predicting in vivo bone bioactivity? *Biomaterials* 2006; 27(15): 2907–15.
15. Mobini S, Solati-Hashjin M, Peirovi H, Samadikuchaksaraei A. Synthesis and characterization of fiber reinforced polymer scaffolds based on natural fibers and polymer for bone tissue engineering application. *Iranian J of Biotech* 2012; 10(3). 184–90. [In Persian]
16. Sayydan FS, Fathi M, Edris H, Doostmohammadi A, Mortazavi V, Shirani F. Fluoride release and bioactivity evaluation of glass ionomer: Forsterite nanocomposite. *Dent Res J* 2013; 10(4): 452–9.

گونه که نتایج مطالعه حاضر نشان می‌دهد، به نظر می‌رسد کامپوزیت سمان گلاس آینومر / الیاف ابریشم نسبت به سمان گلاس آینومر دارای میزان رهایش فلوراید کمتر و دوره رهایش طولانی‌تر بوده و احتمالاً زیست فعالی بیشتری دارد. و این موضوع با پژوهش‌های انجام شده مطابقت دارد [۱۶، ۲۱]. در نهایت و در یک دیدگاه کلی با توجه به اهداف پژوهش و با نتایج نهایی آزمون‌های طیفسنجی تبدیل فوریه فروسرخ، میکروسکوپ الکترونی روبشی و اندازه‌گیری غلظت فلوراید محلول برقاق مصنوعی به روش پتانسیومتری ذکر این نکته لازم است کامپوزیت سمان گلاس آینومر-الیاف ابریشم به دلیل رهایش فلوراید کمتر و طولانی‌تر شدن دوره رهایش و احتمال افزایش و بهبود زیست فعالی در صورتی که مورد تحقیقات و بررسی های بیشتری نظری آزمون‌های سمیت سلولی و درون‌تنی، آزمون‌های استحکام پیوند با دندان، اندازه‌گیری زمان گیرش و

17. Shafiezadeh N, Banava S, Foroohari A, Moeini P, Mokhtari S. Fluoride Release from Three Self-Cured Glass ionomers in Distilled Water and Artificial Saliva. *J Res Dent Sci* 2012; 9 (1):29-35
18. Yli-Urpo H, Lassila LVJ, Närhi T, Vallittu K. Compressive strength and surface characterization of glass ionomer cements modified by particles of bioactive glass. *Dent Mater* 2005; 21(3): 201-09.
19. Mobini S, Solati-Hashjin M, Peirovi H, Osman N, Gholipourmalekabadi M, Barati M and et al. Bioactivity and Biocompatibility Studies on Silk-Based Scaffold for Bone Tissue Engineering. *J Med Biol Eng* 2013; 33(2):207-14.
20. Deb S, Nicholson JW. The effect of strontium oxide in glass-ionomer cements. *J Mater Sci Mater Med* 1999; 10(8):471-4.
21. Khaghani M, Doostmohammadi A, Monshi A, Golnia Z. Effect of incorporating nano-particles of hydroxyapatite on bioactivity and compressive strength of dental glass-ionomer cements. *J Isfahan Dent Sch* 2013; 8(7): 593-605. [In Persian]

Evaluation of Bioactivity and the Ability to Release Fluoride in Glass-Ionomer Cement/Silk Fiber Composite

Mina Bahrami Abadi*, Ahmad Monshi

Abstract

Introduction: Glass-ionomer cements (GICs) are one of the most important dental restorative biomaterials. The aim of this study was to synthesize glass-ionomer–silk fiber composite and evaluate the effect of adding natural degummed silk fiber on the bioactivity and the ability to release fluoride by glass-ionomer cement.

Materials and methods: In this study, commercial Fuji II glass-ionomer cement was reinforced by silk fiber. To this end, silk fibers were degummed and glass-ionomer–silk fiber composite, containing 3 wt% of silk fiber, was fabricated. The morphology, fiber diameter and the presence of fibroin in the silk fiber were investigated by scanning electron microscopy (SEM) and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), respectively. Artificial saliva was used to evaluate fluoride ion release in a period of 14 days and simulated body fluid (SBF) was used to evaluate the material's bioactivity for 1, 3, 7, 14 and 21 days. Statistical analysis was carried out with ANOVA using three samples ($n=3$). Statistical significance was set at p value < 0.05 .

Results: The results of SEM and FTIR analysis confirmed the presence of fibroin. Fluoride ion release experiment indicated less fluoride ion release from the composite compared to Fuji II GC. Scanning electron microscopy and Fourier transform infrared spectroscopy confirmed the presence of calcium and phosphate, increasing the probability of bioactivity of the composite. Statistical analysis showed that the differences between the results of all the groups were significant (p value < 0.05).

Conclusion: Given the limitations of the present study, the results showed that the glass-ionomer cement–silk fiber composite released less fluoride but at longer periods and is probably more bioactive compared to conventional glass-ionomer.

Key words: Bioactivity, Composite, Glass-ionomer cement, Silk.

Received: 04 Mar, 2015 Accepted: 18 Agu, 2015

Address: Master's degree in material science and engineering, Advanced Materials Research Center, Department of Materials Engineering, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najafabad, Iran.

Email: minabahrami1989@yahoo.com

Citation: Bahrami Abadi M, Monshi A. Evaluation of bioactivity and the ability to release fluoride in glass-ionomer cement/silk fiber composite. J Isfahan Dent Sch 2015; 11(5):365-378.