

BADANIA MIKROSTRUKTURY I WYBRANYCH WŁAŚCIWOŚCI MECHA- NICZNYCH KOMPOZYTÓW CERAMICZNO-POLIME- ROWYCH STOSOWANYCH NA STAŁE WYPEŁNIENIA STOMATOLOGICZNE

JOANNA SIEJKA, MAŁGORZATA LEWANDOWSKA,
KRZYSZTOF SIKORSKI

POLITECHNIKA WARSZAWSKA
WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
WOŁOSKA 141, 02-507 WARSZAWA, POLSKA

Streszczenie

Kompozyty ceramiczno - polimerowe są perspektywicznym materiałem, który może być stosowany na stałe wypełnienia stomatologiczne. Przeprowadzono badania nad mikrostrukturą i właściwościami mechanicznymi trzech materiałów handlowych. Wyznaczono wytrzymałość na ściskanie oraz zmierzono mikrotwardość.

Wprowadzenie

Ze względu na swoje wady (toksyczność par rtęci, nieestetyczna, metaliczna barwa, duża przewodność cieplna) [1], amalgamat zaczyna być coraz częściej zastępowany przez kompozyty ceramiczno - polimerowe. Mimo, że materiały te mają gorsze niż amalgamat właściwości wytrzymałościowe można je polepszać przez odpowiedni dobór, wielkość i skład chemiczny cząstek wypełniacza ceramicznego. Największą wadą tej grupy materiałów jest skurcz polimeryzacyjny [2], który powoduje powstawanie szczelin na granicy wypełnienie - tkanka. Utworzone szczeliny sprzyjają próchnicy, a w efekcie wypadaniu wypełnienia. Dlatego ważne jest opracowanie materiału kompozytowego o lepszych właściwościach.

Celem niniejszej pracy była analiza mikrostruktury i wybranych właściwości kompozytów ceramiczno-polimerowych, stosowanych na wypełnienia stomatologiczne.

Metodyka badań

Badania prowadzono na trzech kompozytach o nazwach handlowych: Degufil Mineral (A), Tetric Ceram (B) oraz Definite (C). Są to materiały utwardzane promieniami UV. Próbkę przeznaczoną zarówno do badań mikrostruktury jak i badań wytrzymałościowych miały kształt walców o średnicy 4 mm i wysokości 8 mm.

Mikrostruktury badanych materiałów obserwowano przy pomocy skaningowego mikroskopu elektronowego. W celu odprowadzania ładunków elektrycznych, gromadzących się w miejscu padania wiązki elektronów, a w efekcie uzyska-

MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE CERAMIC-POLYMER COMPOSITES INTENDED FOR DENTAL FILLINGS

JOANNA SIEJKA, MAŁGORZATA LEWANDOWSKA,
KRZYSZTOF SIKORSKI

WARSAW UNIVERSITY OF TECHNOLOGY
FACULTY OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING
WOŁOSKA 141, 02-507 WARSZAWA, POLAND

Abstract

Ceramic-polymer composites are prospective materials for permanent dental fillings. The present study was concerned with examining the microstructure and mechanical properties of three commercial composites. The mechanical parameters examined included the compressive strength and microhardness.

Introduction

Because of its drawbacks (toxicity of mercury vapours, non-esthetic metallic colour, high thermal conductivity) [1], dental amalgam begins to be increasingly replaced with ceramic-polymer composites. The strength properties of these materials are worse than those of amalgam, but they can be improved by selecting appropriately the size and chemical composition of the particles of the ceramic filler. The most important disadvantage of ceramic-polymer composites is the polymerization shrinkage [2], which generates gaps at the filling/tissue interface. These gaps promote the development of caries which results in the filling falling out. It is therefore essentially important to improve the properties of the composite materials.

The aim of the present study was to examine the microstructure and selected properties of the ceramic-polymer composites intended for dental applications.

Examination methods

The composites examined were (commercial names): Degufil Mineral (A), Tetric Ceram (B), and Definite (C). The materials were cured by UV irradiation. All the samples intended for both microstructural and strength examinations had cylindrical shapes with a diameter of 4mm and a height of 8 mm.

The microstructures of the materials were observed in a scanning electron microscope. In order to improve the quality of the images, the sample surfaces were evaporated with carbon, which facilitated the removal of the electric charges that gathered at the point of incidence of the electron beam.

The mechanical examinations included compression tests performed in an MTS strength machine, and measurements of the HV0,2 microhardness using a Zwick Vickers diamond testing machine.

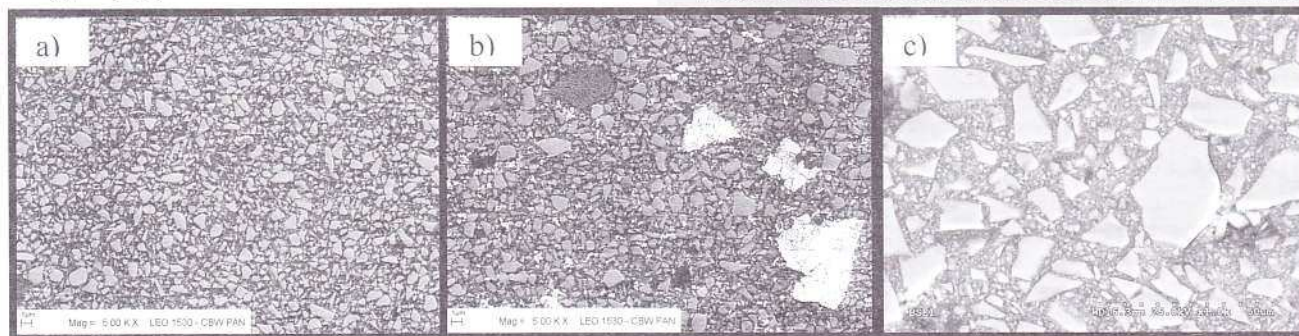
nia lepszej jakości obrazu, powierzchnię próbek napylono węglem.

Badania mechaniczne polegały na wykonaniu prób ściskania i pomiarach mikrotwardości HV0,2. Próby ściskania prowadzono na maszynie wytrzymałościowej typu MTS. Mikrotwardość zmierzono na twardościomierzu Zwick.

Wyniki badań

Mikrostruktura

Obserwacje przy pomocy SEM potwierdziły, że materiały składają się z osnowy polimerowej oraz około 60% obj. wypełniacza ceramicznego o różnej wielkości cząstek (RYS. 1). Mikroanaliza rentgenowska składu chemicznego umożliwiła ujawnienie składu chemicznego wypełniacza. We wszystkich trzech materiałach występuje szkło typu $60\text{SiO}_2 \cdot 30\text{BaO} \cdot 10\text{Al}_2\text{O}_3$. Kompozyt B ma bardziej złożoną mikrostrukturę: oprócz szkła występuje także tlenek cyrkonu (małe, sferoidalne cząstki) oraz fluorek iterbu (jasne obszary), mający za zadanie uwalnianie fluoru.



RYS. 1. Mikrostruktura materiałów kompozytowych o nazwach handlowych: a) Degufil Mineral, b) Tetric Ceram, c) Definite.

FIG. 1. Microstructure of the composite materials (commercial names): a) Degufil Mineral, b) Tetric Ceram, and c) Definite.

Material	A	B	C
Wytrzymałość na ściskanie Compressive strength [MPa]	152	140	217

TABELA 1. Wartości wytrzymałości na ściskanie.
TABLE 1. Measured values of the compressive strength.

Właściwości mechaniczne

• Wytrzymałość na ściskanie

Badane materiały wypełnieniowe ścisniano w temperaturze pokojowej z szybkością $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Próbkę ulegały kilku-procentowemu odkształceniu, a następnie krucho pękały. Uzyskane krzywe ściskania przedstawione są na RYS. 2. Z krzywych wyznaczono wytrzymałość na ściskanie. Wartości te zamieszczono w tabeli 1. Dla materiałów A i B są one bardzo zbliżone. Jedynie kompozyt Definite charakteryzuje się większą odpornością na ściskanie.

• Mikrotwardość

Zmierzono mikrotwardość HV0,2. Na każdej z próbek wykonano po dwudzieścia odcisków. Wyznaczono wartości średnie, odchylenia standardowe (SD) oraz wyliczono współczynnik zmienności rozkładu (CV). Uzyskane warto-

Results

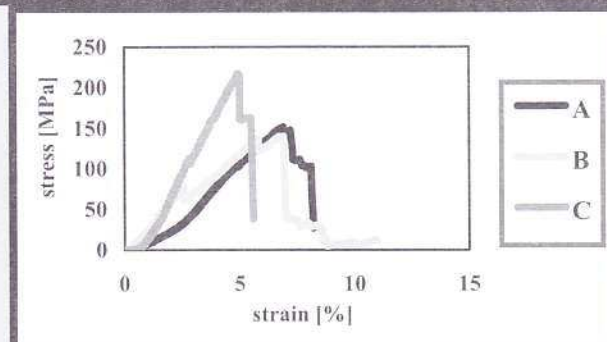
Microstructure

The SEM observations confirm that the materials contain a polymer matrix and a ceramic filler with particles of various sizes that occupy about 60% of the total volume (FIG. 1). The chemical composition of the filler was determined by an X-ray analysis. All the three materials appear to contain a vitreous phase of the $60\text{SiO}_2 \cdot 30\text{BaO} \cdot 10\text{Al}_2\text{O}_3$ type. Composite B has a more complex structure: in addition to the vitreous phase, it also contains zirconium oxide (small spheroidal particles) and ytterbium fluoride (light regions) whose role is to release fluorine.

Mechanical properties

• Compressive strength

The materials were compressed at room temperature with a rate of $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. The samples underwent deformation of the order of a few percent and, then, broke via brittle fracture. The compression curves are shown in FIG. 2. The



RYS. 2. Krzywe ściskania materiałów: A - Degufil Mineral, B - Tetric Ceram, C - Definite.

FIG. 2. Compression curves obtained for the three materials: A - Degufil Mineral, B - Tetric Ceram, C - Definite.

curves were used for determining the compressive strength (TABLE 1). The values measured for materials A and B are very similar. It is only the C composite which shows a higher resistance to compression.

• Microhardness

The HV0,2 microhardness of the materials was measured. Each sample was subjected to twenty indentations. The average values, standard deviations (SD) and the variation coefficient (CV) were determined. The results are shown in TABLE 2. Composite B appeared to have the smallest microhardness, and composite C - the greatest.

	$\overline{HV0,2}$	SD	CV
A	76,9	6,87	0,09
B	61,42	2,68	0,04
C	118,92	11,16	0,09

TABELA 2. Średnia mikrotwardość, odchylenie standardowe oraz współczynnik zmienności rozkładu badanych materiałów.

TABLE 2. Values of the average microhardness, standard deviation and variation coefficient determined for the materials under test.

ści przedstawiono w TABELI 2. Najmniejszą mikrotwardością charakteryzuje się kompozyt B, natomiast największą - C.

Dyskusja wyników

Powszechnie wiadomo, że właściwości mechaniczne materiałów (także tych kompozytowych) zależą od ich mikrostruktury. Wobec braku różnic w udziałach objętościowych cząstek wypełniacza oraz niewielkich różnic w składzie chemicznym, analizowano wpływ ich wielkości na właściwości mechaniczne. W tym celu wyznaczono średnią wielkość cząstek ceramicznych. Jako miarę przyjęto średnicę ekwiwalentną d_{eq} , czyli średnicę koła o polu liczbowo równym przekrojowi rozpatrywanej cząstki. Kompozyty A i B mają zbliżone cząstki pod względem wielkości, natomiast C charakteryzuje się znacznie większą średnią wielkością cząstek.

Materiał Material	$\overline{d_{eq}}$ [μm]
A	0,288
B	0,289
C	5,556

TABELA 3. Średnie wielkości cząstek wypełniacza.

TABLE 3. Average particle size of the filler.

Wyznaczono zależność wytrzymałości na ściskanie oraz mikrotwardości HV0,2 w funkcji wielkości cząstek (RYS. 3). W badanych kompozytach ceramiczno - polimerowych wzrost średniej wielkości cząstek powoduje wzrost ich właściwości wytrzymałościowych.

Dodatkowo duże cząstki, obecne w kompozycie C mogą poprawić odporność na ścieranie. Z literatury wiadomo, że przy prawidłowych relacjach zgrzyzowych, miejscowe zużycie jest znacznie mniejsze dla materiałów, których cząstki wypełniacza mają średnią wielkość większą od 5 μm [3].

Podziękowania

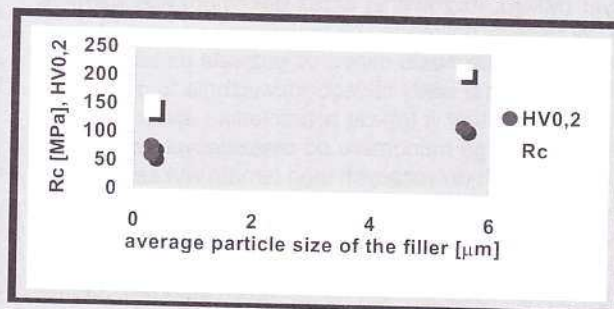
Praca sfinansowana z środków KBN (grant nr 21/PBZ - KBN - 082/ T08/ 2002).

Discussion

It is commonly known that the mechanical properties of materials (including composites) depend on their microstructure. Since the volumetric shares of the filler particles in the three materials did not differ from one another, and their chemical compositions differed only slightly, we decided to examine the effect of the size of the filler particles upon the mechanical properties of the materials. To this end, the average size of the ceramic particles was determined, assuming that its measure was the equivalent particle diameter, i.e. the diameter of the circle whose surface area is numerically equal to the surface area of a cross-section of a given particle. The particles of composites A and B appeared to be similar in size, whereas the average size of the particles of composite C was markedly greater.

The variation of the compressive strength and the HV0.2 microhardness determined as a function of the particle size (FIG. 3) indicates that the strength properties of the ceramic-polymer composites improve with increasing average particle size.

An additional advantage is that the greater particles of which composite C is built may contribute to an improvement of the frictional wear resistance of the material. It is known from the literature that, at a correct tooth occlusion, the local wear is considerably reduced when the average diameter of the filler particles exceeds 5 μm [3].



RYS. 3. Wpływ wielkości cząstek wypełniacza na właściwości wytrzymałościowe.

FIG. 3. Effect of the particle size of the filler upon the strength properties of the material.

Acknowledgement

The study was financed by the State Committee for Scientific Research (Grant No 21/PBZ-KBN-082/T08/2002).

Piśmiennictwo

References

- [1] S. Malinowski: "Amalgamat - wypełnienie czy zagrożenie"; Magazyn Stomatologiczny 3 (1999), 47-49.
- [2] B.S. Lim, J. L. Ferracane, R. L. Sakaguchi, J. R. Condon; Dental Materials 18 (2002), 436-444.
- [3] E. Jodkowska: "Materiały złożone i pośrednie systemy wiążące w odtwarzaniu ubytków w zębach bocznych" Wydawnictwo Medyczne Tour Press International, Warszawa 1993.