

APARATURA

BADAWCZA I DYDAKTYCZNA

Badania właściwości mechanicznych światłoutwardzalnych kompozytów na bazie wielofunkcyjnych żywic akrylanowych

ZBIGNIEW CZECH, EWELINA MINCIEL

ZACHODNIOPOMORSKI UNIWERSYTET TECHNOLOGICZNY W SZCZECINIE, INSTYTUT TECHNOLOGII CHEMICZNEJ ORGANICZNEJ

Słowa kluczowe: stomatologiczne materiały kompozytowe, żywice akrylanowe, fotoutwardzanie

STRESZCZENIE:

Bezpośredni proces fotoutwardzania wypełnień stomatologicznych jest możliwy jedynie przy zastosowaniu syntetycznych żywic akrylanowych utwardzalnych za pomocą światła widzialnego lub promieniowania UV z zakresu UV-A. Fotoutwardzalne żywice zawierają w swojej strukturze wiązania podwójne, których odległość od siebie ma wpływ na wielkość efektu skurczu polimeryzacyjnego. Proces utwardzania zależy również od doboru odpowiedniego fotoinicjatora, który wpływa na szybkość penetracji kompozytu stomatologicznego wiązką światła.

Light curable composites based on multifunctional acrylic resins

Keywords: dental composite materials, acrylic resins, photocuring

ABSTRACT:

Directly curing process of dental composites is possible only by using of synthetic acrylic resins curable with visible light or UV-A radiation. Photocurable resins contain in their structure a large number of double bonds which distance between double bonds is dependent on the effect of the polymerization shrinkage. The curing process also depends on select of the suitable photoinitiator which affects on the speed of the dental composite penetration using light beam.

1. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Celem przeprowadzonych badań było określenie właściwości mechanicznych, takich jak: obciążenie przy maksymalnym nacisku, wytrzymałość na ściskanie, moduł Younga oraz odkształcenie przy ścisłaniu fotoutwardzonych kompozytów na bazie wielofunkcyjnych żywic akrylanowych.

1.1 Surowce

W procesie utwardzania światłoutwardzalnych kompozytów stomatologicznych użyto następujących surowców:

Monomery:

- oligomer 2,2-bis[4(2'-hydroksy-3-metakryloksypropoksy)fenoleno]propan, nazywany również monomerem Bis-GMA,
- dimetakrylan uretanowy, znany jako monomer UDMA,
- Fotomer: triakrylan trimetylopropanu (TMPTA),
- Fotoinicjator: kamforochinon (CQ),
- Stabilizator: monoester metylowy hydrochinonu (MeHQ),

przy czym struktury chemiczne substancji pomocniczych, takich jak: triakrylan trimetylopropanu, kamforochinon oraz monoester metylowy hydrochinonu zostały przedstawione w Tabeli 1. Jako napełniacze światłoutwardzalnych kompozytów stomatologicznych zastosowano Dentapulver

firmy Schott oraz krzemionkę SiO₂ firmy Degussa. W przeprowadzonych badaniach zastosowano następującą aparaturę:

- forma do wypełnień (Rys. 1)
- lampy polimeryzacyjne (Rys. 2)
- maszyna do badania wytrzymałości na ścisłanie firmy INSTRON (Rys. 4).

1.2 Przebieg procesu wytwarzania i utwardzania wypełnień stomatologicznych

Wytwarzanie wypełnień stomatologicznych, a następnie proces ich utwardzania przeprowadzono w następujący sposób:

Zmieszano ze sobą dimetakrylan uretanowy UDMA, wielofunkcyjny akrylan TMPTA oraz oligomer 2,2-bis[4(2'-hydroksy-3-metakryloksypropoksy)fenoleno]propan Bis-GMA, przy czym całość mieszaniny żywic stanowiła 100 części wagowych matrycy polimerowej. Następnie do mieszaniny żywic dodano w kolejności: monoester metylowy hydrochinonu (MEHQ) jako stabilizator (0,1 części wagowej w stosunku do 100 części wagowych całej masy matrycy polimerowej, oznaczane jako *per hundred resin, phr*), fotoinicjator kamforochinon (CQ) (0,3 phr) oraz koinicjator 4-dimetyloaminobenzoetan etylu (EMBO) o stężeniu 0,6 phr (Tab. 2), po czym całość homogenizowano przez kilka minut w 60°C.

Tabela 1 Substancje wspomagające stosowane w stomatologicznych materiałach kompozytowych

Table 1 Supporting substances used in dental composite materials

Nazwa chemiczna	Wzór chemiczny	Funkcja
Triakrylan trimetylopropanu (TMPTA)		monomer
Kamforochinon (CQ)		fotoinicjator
Monoester metylowy hydrochinonu (MEHQ)		stabilizator

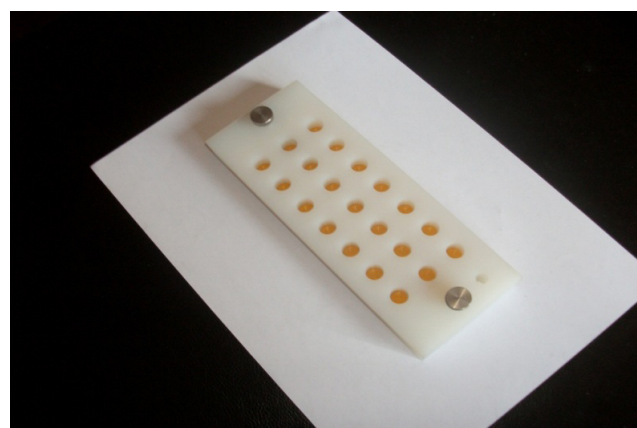
Tabela 2 Skład wytwarzanych kompozycji stomatologicznych
Table 2 Composition of dental composites

Próbka	Bis-GMA [% wag.]	UDMA [% wag.]	TMPTA [% wag.]	MEHQ phr	CQ phr	EMBO phr
EM1	20	50	30	0,1	0,3	0,6
EM2	25	45	30	0,1	0,3	0,6
EM3	30	40	30	0,1	0,3	0,6
EM4	35	35	30	0,1	0,3	0,6
EM5	40	30	30	0,1	0,3	0,6
EM6	30	50	20	0,1	0,3	0,6
EM7	30	45	25	0,1	0,3	0,6
EM8	30	40	30	0,1	0,3	0,6
EM9	30	35	35	0,1	0,3	0,6
EM10	30	30	40	0,1	0,3	0,6
EM11	40	40	20	0,1	0,3	0,6
EM12	35	40	25	0,1	0,3	0,6
EM13	30	40	30	0,1	0,3	0,6
EM14	25	40	35	0,1	0,3	0,6
EM15	20	40	40	0,1	0,3	0,6
EM16	20	50	30	0,1	0,3	0,6
EM17	25	45	30	0,1	0,3	0,6
EM18	30	40	30	0,1	0,3	0,6
EM19	35	35	30	0,1	0,3	0,6
EM20	40	30	30	0,1	0,3	0,6
EM21	30	50	20	0,1	0,3	0,6
EM22	30	45	25	0,1	0,3	0,6
EM23	30	40	30	0,1	0,3	0,6
EM24	30	35	35	0,1	0,3	0,6
EM25	30	30	40	0,1	0,3	0,6
EM26	40	40	20	0,1	0,3	0,6
EM27	35	40	25	0,1	0,3	0,6
EM28	30	40	30	0,1	0,3	0,6
EM29	25	40	35	0,1	0,3	0,6
EM30	20	40	40	0,1	0,3	0,6

Do tak przygotowanej matrycy polimerowej dodano napełniacza, mieszaniny Dentapulver (Schott)- 80 phr oraz SiO₂ (Degussa)- 20 phr, a następnie całość poddano ponownie homogenizacji w temperaturze pokojowej. Przygotowany kompozyt stomatologiczny, po wprowadzeniu w specjalną formę przeznaczoną do wykonania próbek w kształcie walca o średnicy 1 cm (Rys. 1), poddano naświetlaniu lampą polimeryzacyjną LED (Rys. 2) przez 15, 20 oraz 25 sekund. Utwardzone kompozycje stomatologiczne (Rys. 3) od EM1 do EM15 zawierały phr a od EM16 do EM30 50 phr napełniacza.

2.2 Badania wytrzymałości na ściskanie utwardzonych kompozytów stomatologicznych

Wytrzymałość wypełnień stomatologicznych na ściskanie badano na maszynie wytrzymałości-



Rysunek 1 Forma do wykonywania próbek kompozytów stomatologicznych

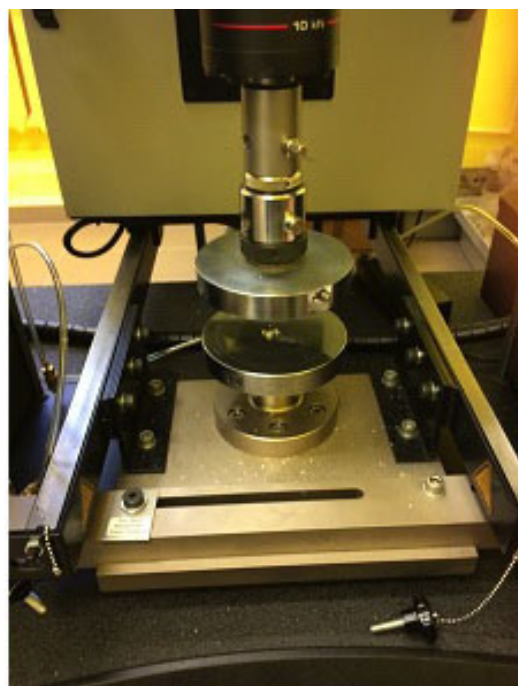
Figure 1 Mould for preparing dental composite samples

wej firmy INSTRON (Instron Applications Laboratory) (Rys. 4).



Rysunek 2 Bezprzewodowa lampa polimerizacyjna LED-B Woodpecker

Figure 2 The wireless polymerization lamp LED-B Woodpecker



Rysunek 4 Maszyna wytrzymałościowa firmy INSTRON

Figure 4 Testing machine from INSTRON



Rysunek 3 Utwardzone próbki stomatologiczne w pojemniku

Figure 3 Dental cured samples in the container

Statyczna próba ściskania umożliwia określenie modułu sprężystości, granicy plastyczności, wytrzymałości na ściskanie oraz odkształcenia po przekroczeniu wyraźnej granicy plastyczności. Metodyka badań w pomiarach ściskania jest opisana w normie ASTM D 695. Metoda ta umożliwia określenie zachowania się materiałów w warunkach działania obciążeń zgniatających. Próba jest ściskana, a w trakcie pomiarów rejestrowane są odkształcenia przy różnych obciążeniach. Oblicza się naprężenie ściskające i odkształcenie przy ściskaniu oraz tworzy się wykres we współrzędnych naprężenie-odkształcenie, wykorzystywany do określania granicy sprężystości oraz granicy

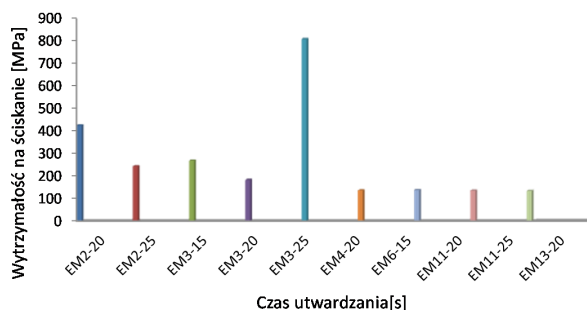
Tabela 3 Właściwości mechaniczne wybranych kompozytów z 30% wag. napełniacza podczas próby ściskania

Table 3 Mechanical properties of selected dental composites containing 30 phr filler during compression test

Nr. próbki	Obciążenie przy maksymalnym nacisku [kN]	Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	Moduł Younga [MPa]	Odkształcenie przy ściskaniu [%]
EM2-20	3,3	424,5	13680,6	17,0
EM2-25	1,9	243,2	366,1	14,5
EM3-15	2,1	268,5	353,1	17,0
EM3-20	1,4	182,6	558,1	20,3
EM3-25	6,3	808,6	340	43,4
EM4-20	10,5	136,1	1203	22,6
EM6-15	10,5	137,2	364,7	41,0
EM11-20	10,5	135,2	1267,8	18,0
EM11-25	10,5	133,7	1340,5	17,7
EM13-20	10,5	135,0	1139,2	24,6

plastyczności. W Tabeli 3 zamieszczono właściwości mechaniczne wybranych kompozytów stomatologicznych zawierających 30% wag. napętniacza nieorganicznego.

Na Rysunku 5 przedstawiono wytrzymałość na ściskanie wybranych utwardzonych kompozytów stomatologicznych zawierających 30 phr napętniacza.



Rysunek 5 Wartości wytrzymałości na ściskanie wybranych kompozytów stomatologicznych

Figure 5 Strength comparison values of selected dental composites

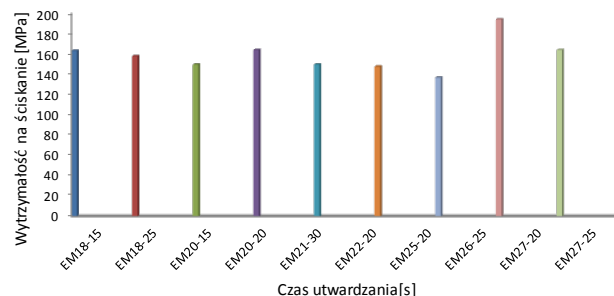
Na Rysunku 5 przedstawione zostały wartości wytrzymałości na ściskanie wybranych kompozytów stomatologicznych zależne od czasu utwardzania. Spośród nich największą wytrzymałość na nacisk wykazały próbki o nazwie EM3-25, EM2-20 oraz EM3-15, ostatni numer zawarty w nazwie określa czas utwardzania próbki.

W Tabeli 4 zamieszczono właściwości mechaniczne wybranych kompozytów stomatologicznych zawierających 50 phr napętniacza nieorganicznego. Wstępnie zbadano również właściwości mechaniczne wybranych komercyjnych kompozytów

stomatologicznych Herculite oraz Filtek Silorane, które zamieszczono dodatkowo w Tabeli 4.

Na rysunku 6 przedstawiono wytrzymałość na ściskanie wybranych utwardzonych kompozytów stomatologicznych zawierających 50 phr napętniacza.

Na Rysunku 6 zestawione zostały wartości wytrzymałości na ściskanie wybranych kompozytów



Rysunek 6 Wartości wytrzymałości na ściskanie wybranych kompozytów stomatologicznych

Figure 6 Strength comparison values of selected dental composites

stomatologicznych zależne od czasu utwardzania. Spośród nich największą wytrzymałość na ściskanie wykazały próbki o nazwie EM26-25, EM20-20 oraz EM27-20, gdzie ostatni numer zawarty w nazwie określa czas utwardzania próbki.

W następnym cyklu badań przewiduje się szczegółowe przebadanie komercyjnych światłoutwardzalnych wypełnień stomatologicznych utwardzanych w identycznych warunkach, w celu porównania ich właściwości mechanicznych z właściwościami przebadanych w tej pracy kompozytów.

Tabela 4 Właściwości mechaniczne wybranych kompozytów z 50 phr napętniacza oraz wybranych kompozytów komercyjnych w próbie ściskania

Table 4 Mechanical properties of selected dental composites containing 50 phr filler and chosen commercially composites during compression test

Nr. próbki	Obciążenie przy maksymalnym nacisku [kN]	Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	Moduł Younga [MPa]	Odształcenie przy ściskaniu [%]
EM18-15	12,8	163,3	1421,8	18,5
EM18-25	12,0	158,0	1304,2	20,5
EM20-15	12,0	149,6	1165,3	21,0
EM20-20	12,5	164,0	1183,9	29,8
EM21-30	12,0	149,6	945,8	29,8
EM22-20	11,5	147,7	1096,0	26,0
EM25-20	10,6	136,8	981,5	22,5
EM26-25	15,2	194,2	1706,3	22,6
EM27-20	12,9	164,0	1242,8	18,5
EM27-25	11,3	145,3	1120,5	26,5
Herculite	12,3	180,7	2581,1	32,3
Filtek Silorane	12,4	179,2	659,8	36,4

3. WNIOSKI

- Otrzymane kompozycje stomatologiczne o badanych składach mogą być z powodzeniem zastosowane jako wysokowartościowe fotoutwardzalne wypełnienia stomatologiczne.
- Otrzymane fotoutwardzone wypełnienia stomatologiczne charakteryzują się dobrą odpornością na ściskanie.
- Zdecydowanie najlepsze wyniki podczas badań uzyskały kompozyty EM3, EM26, EM20 oraz EM27.
- Ze względu na możliwość poprawy właściwości kompozytów zalecane jest przeprowadzenie większej ilości testów i badań nad innymi właściwościami wypełnień stomatologicznych.
- Zastosowany w badaniach fotoinicjator (kamfurochinon) wpływał istotnie na proces fotoutwardzania przy zastosowaniu lampy LED oraz nada-

wał barwę wykonanym wypełnieniom stomatologicznym.

- W celu otrzymania pełnej charakterystyki utwardzonych wypełnień stomatologicznych należałoby wykonać szeroki wachlarz badań trybologicznych (ścieralności), reologicznych, badań skurczu oraz badań sorpcyjnych z wykorzystaniem wody oraz sztucznej śliny ludzkiej.
- W porównaniu z dwoma komercyjnymi kompozytami stomatologicznymi: Herculite i Filtek Silorane, przebadane w laboratorium własne kompozyty stomatologiczne charakteryzowały się między innymi nieco wyższą wytrzymałością na ściskanie oraz nieco wyższym odkształceniem przy ścisaniu (Tab. 4). Spowodowane jest to prawdopodobnie wyższą zawartością napętniacza nieorganicznego w komercyjnych produktach, która wynosi pomiędzy 60 a 70% wag.