

# Wpływ warunków fotopolimeryzacji na wybrane właściwości mechaniczne kompozytów stomatologicznych

Agnieszka Nowacka<sup>1), \*)</sup>, Tomasz Klepka<sup>1)</sup>

DOI: [dx.doi.org/10.14314/polimery.2019.4.5](https://dx.doi.org/10.14314/polimery.2019.4.5)

**Streszczenie:** Badano wpływ warunków fotopolimeryzacji na wybrane właściwości mechaniczne kompozytów stomatologicznych na bazie żywicy dimetakrylanowej, o zawartości fazy nieorganicznej 22–65 % mas. Stosowano naświetlanie ciągłe i przerywane z jednorodnym i zmiennym natężeniem światła. Stwierdzono, że twardość wyznaczona metodą Shore'a oraz wartość maksymalnej siły ścinającej, a także przyczepność kompozytu do podłoża metalowego ściśle zależą od natężenia i czasu naświetlania. Z wykorzystaniem stanowiska *pin-on-disc* wyznaczono wartości współczynnika tarcia oraz zużycia trybologicznego badanych kompozytów stomatologicznych. Największą twardość Shore'a wykazywały kompozyty naświetlane metodą SOFT-START, a najmniejszą – naświetlane metodą ciągłą jednorodną. Największe wartości siły były generowane podczas odrywania od podłoża kompozytu naświetlanego metodą PULSE DELAY.

**Słowa kluczowe:** kompozyty stomatologiczne, fotopolimeryzacja, właściwości mechaniczne, trybologia.

## The effect of photopolymerization conditions on selected mechanical properties of dental composites

**Abstract:** The paper presents the results of an investigation of the effect of photopolymerization conditions on the selected mechanical properties of dental composites based on dimethacrylate resin with an inorganic phase content ranging from 22 wt % to 65 wt %. The continuous and intermittent lighting was used with uniform and variable light intensity. It was found that the Shore hardness, maximum shear force value and adhesion of the composite to the metal substrate are strongly dependent on the radiation intensity and exposure time. The tribological properties (friction coefficient and wear resistance) of dental composites were also determined using a pin-on-disc station. The highest values of Shore A hardness were measured for the composites exposed to light using SOFT-START mode, while the lowest hardness value was observed for the composite irradiated in uniform continuous mode. It was found that the highest force values were generated when the composite was exposed to light in the PULSE DELAY mode.

**Keywords:** dental composites, photopolymerization, mechanical properties, tribology.

Utwardzane światłem kompozyty na bazie żywicy dimetakrylanowej są obecnie szeroko stosowane jako materiały do naprawy uszkodzonej struktury zęba, przede wszystkim ze względu na walory estetyczne [1] i łatwość obróbki utwardzonego materiału [2, 3]. Kompozyty stomatologiczne składają się głównie z osnowy polimerowej oraz napełniacza nieorganicznego [4], takiego jak: krzemionka koloidalna, proszek szklany, kwarc [5]. Najczęściej używane cząstki nieorganiczne charakteryzują się kształtem kulistym lub nieregularnym [6]. Właściwości mechaniczne utwardzonych kompozytów zależą od ich skła-

du oraz metody polimeryzacji. Autorzy publikacji [7–11] badali wpływ metody fotopolimeryzacji na właściwości mechaniczne kompozytów stomatologicznych na bazie żywicy z udziałem 22–65 % mas. fazy nieorganicznej. W kompozytach stomatologicznych z napełniaczem o różnych wymiarach ziaren obserwuje się mniejszy skurcz, odkształcenie powierzchni oraz mniejszą wartość zużycia trybologicznego materiału w wypadku przeważającego udziału mniejszych cząstek [12]. W powszechnie używanych osnowach kompozytów stomatologicznych zazwyczaj można wyróżnić dwie grupy składników. Pierwsza to organiczny monomer z fotoinicjatorami, rozcieńczalnikami, pigmentami i stabilizatorami [13], druga to środek sprzęgający składniki organiczne z nieorganicznymi [14]. Obecnie stosowanymi monomerami w polimerowych kompozytach stomatologicznych są przede wszystkim

<sup>1)</sup> Politechnika Lubelska, Wydział Mechaniczny, Katedra Technologii i Przetwórstwa Tworzyw Polimerowych, ul. Nadbystrzycka 36, 20-618 Lublin.

\*) Autor do korespondencji; e-mail: [a.nowacka@pollub.pl](mailto:a.nowacka@pollub.pl)

metakrylany eteru glicydylowego bisfenolu A (BisGMA), a także metakrylany etoksylowe (EBADMA) i uretanowe (UDMA) [15, 16]. BisGMA i EBADMA tworzą międzycząsteczkowe wiązania wodorowe, zwiększające lepkość monomeru, co utrudnia mieszanie ze środkiem sprzegającym i fazą nieorganiczną. W celu zmniejszenia lepkości materiału do BisGMA lub EBADMA dodaje się rozcieńczalnika, np. dimetakrylanu glikolu trietylenowego (TEGDMA) (tabela 1) [17, 18], zmniejszającego udział wiązań podwójnych w jednostce objętości materiału.

Proces polimeryzacji kompozytów stomatologicznych prowadzi się przy udziale fotoinicjatorów. Szybkość polimeryzacji i stopień konwersji, a w konsekwencji właściwości mechaniczne i adhezyjne utwardzonych wypełnień stomatologicznych zależą od rodzaju i stężenia zastosowanego układu fotoinicjatora [19, 20]. W literaturze opisano metody sieciowania fazy organicznej, ograniczające szybkość polimeryzacji w celu zmniejszenia wartości skurczu utwardzonego kompozytu [21]. Metody te mogą bazować na wydłużaniu fazy wstępnego żelowania [22], dzięki czemu jest możliwy przepływ lepkiej żywicy kompozytowej podczas polimeryzacji [15]. W efekcie żelowanie trwa dłużej, co skutkuje zmniejszeniem naprężeń w materiale kompozytowym [4, 12, 23], podczas utwardzania wewnętrzne naprężenia nie przenoszą się na układ wypełnienie-ząb, lecz stają się naprężeniami międzyfazowymi, a utwardzony kompozyt stomatologiczny wykazuje właściwości mechaniczne na zadowalającym poziomie [18].

Twardość jest jedną z podstawowych cech służących do oceny właściwości mechanicznych materiału polimerowego [24–27]. Pomiar twardości jest skutecznym sposobem badania właściwości mechanicznych na powierzchni materiału, bezpośrednio zależnych od morfologii i deformacji, np. kompozytów stomatologicznych [28]. Podczas żucia pokarmu wypełnienia stomatologiczne w zębach bocznych są w szerokim zakresie poddawane

działaniom sił mechanicznych, czemu towarzyszy przebieg określonych reakcji chemicznych [29]. Przyłożone do kompozytów siły przekraczające wytrzymałość mechaniczną materiału powodują jego zużycie [30]. Również siły zgryzowe mogą powodować zwiększenie chropowatości powierzchni wypełnienia i wpływać na zmianę jego kształtu. Badanie odporności na zużycie żywicy polimerowej ma zasadnicze znaczenie dla oceny długoterminowej stabilności kompozytów stomatologicznych [31]. Kompozyt stomatologiczny zużywa się pod wpływem zespołu jednocześnie działających sił powodujących: ścieranie, zmianę przyczepności do podłoża, efekty zmęczenia i erozji materiału. Na podstawie danych literaturowych [32, 33] przyjęto, że mechanizm zużycia klinicznego kompozytów stomatologicznych obejmuje głównie ścieranie i zmianę przyczepności do tkanki zęba.

Celem naszych badań była ocena wpływu sposobu naświetlania kompozycji dentystycznych o takiej samej fazie organicznej i różnym udziale fazy nieorganicznej (22–65 % mas.) na twardość, przyczepność do podłoża i wartość maksymalnej siły ścinającej utwardzonych kompozytów. Oznaczono także właściwości fizyko-mechaniczne i reologiczne kompozytów stomatologicznych w czasie ich użytkowania.

## CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

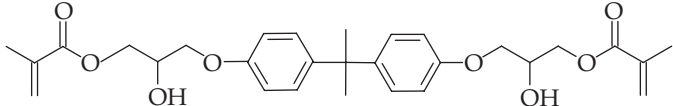
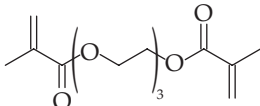
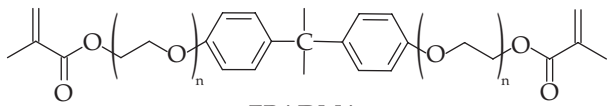
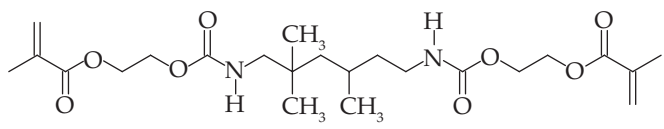
Przedmiotem badań było sześć polimerowych kompozytów stomatologicznych marki Heraeus Kulzer, różniących się udziałem (22–65 % mas.) i rozmiarami ziaren fazy nieorganicznej (tabela 2).

### Fotopolimeryzacja

W procesie polimeryzacji wykorzystano lampę Cromalux ze źródłem światła halogenowego o zakresie spektralnej długości światła 400–500 nm oraz napięciu

Tabela 1. Skład osnowy kompozytów stomatologicznych

T a b l e 1. Composition of the matrix of dental composites

 <p style="text-align: center;"><b>Bis-GMA</b></p>	2,2-bis[4-(2-hydroxy-3-metakryloiloksypropoksy)fenylo]propan
 <p style="text-align: center;"><b>TEGDMA</b></p>	Dimetakrylan glikolu trietylenowego
 <p style="text-align: center;"><b>EBADMA</b></p>	Etoksylowany dimetakrylan bisfenolu A
 <p style="text-align: center;"><b>UDMA</b></p>	1,6-bis(metakryloiloksy-2-etoksykarbonyloamino)-2,2,4-trimetyloheksan

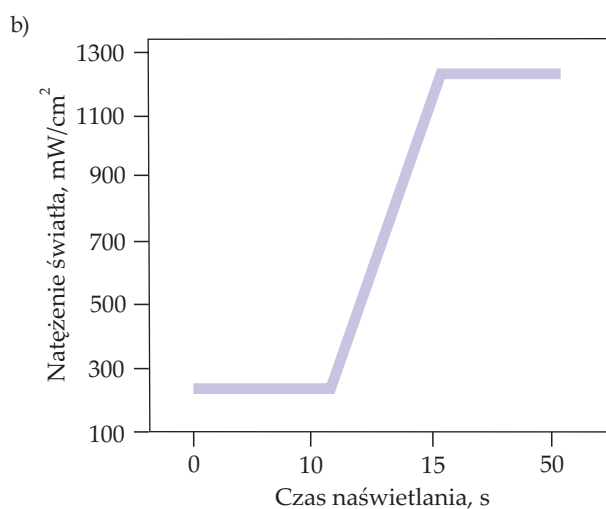
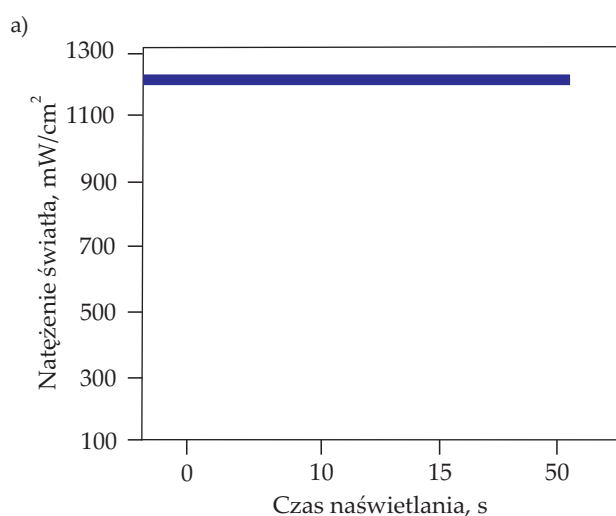
T a b e l a 2. Skład kompozytów stomatologicznych

T a b l e 2. Composition of dental composites

Faza organiczna	Główne składniki fazy nieorganicznej	Udział napełniacza nieorganicznego w kompozycji % mas.	Średnie wymiary ziarna $\mu\text{m}$
EBADMA/ TEGDMA	Szkło krzemowe Ba-Al-F, $\text{SiO}_2$	22	0,6
		36	0,02–23
		42	0,05–20
		46	0,005–5
		62	0,02–0,2
		65	0,02–5

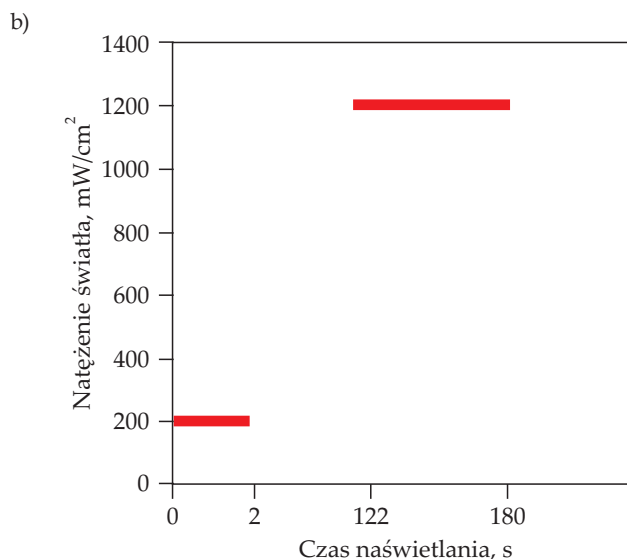
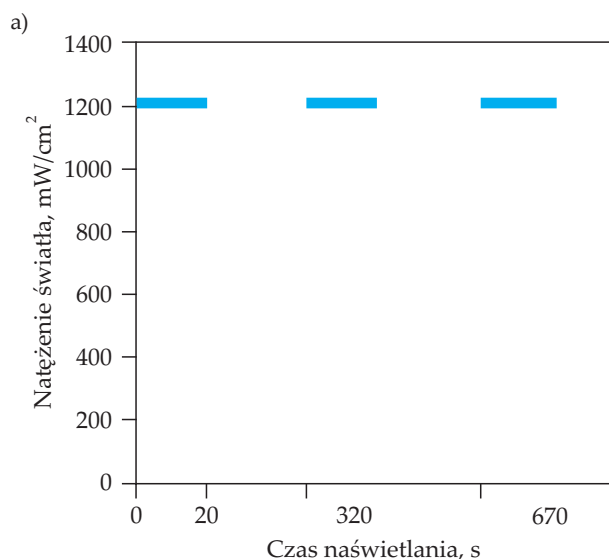
T a b e l a 3. Ideogram metody naświetlania kompozycji poli-  
merowejT a b l e 3. Ideogram showing light-curing modes of polymer  
composition

Metoda naświetlania	Oznaczenie
Ciągła	A
Przerywana	B
Jednorodna	I
Ze zmiennym natężeniem	II



Rys. 1. Schemat naświetlania ciągłego próbek kompozytów stomatologicznych: a) natężenie jednorodne, b) natężenie zmienne (SOFT-START)

Fig. 1. Scheme of light-curing of dental composites in continuous modes: a) uniform intensity, b) variable intensity (SOFT-START)



Rys. 2. Schemat naświetlania przerywanego próbek kompozytów stomatologicznych: a) natężenie jednorodne, b) natężenie zmienne (PULSE DELAY)

Fig. 2. Scheme of light-curing of dental composites in intermittent modes: a) uniform intensity, b) variable intensity (PULSE DELAY)

znamionowym 100–200 V przy częstotliwości 50–60 Hz i mocy 130 W.

Kompozycje stomatologiczne polimeryzowano za pomocą ciągłego oraz przerywanego światła ze stałym lub zmiennym natężeniem (rys. 1, 2, tabela 3).

Próbki kompozycji stomatologicznych polimeryzowano pod osłoną ze szkła laboratoryjnego, co pozwalało na uzyskanie powtarzalnego, pośredniego kontaktu wiązki światła z powierzchnią kompozytu [34, 35].

## Metodyka badań

### Wytrzymałość mechaniczna

Wytrzymałość mechaniczną kompozytów stomatologicznych określano zgodnie z normą PN-EN ISO 4049:2010, z zastosowaniem próbek o wymiarach  $15 \times 11 \times 1,8$  mm, w warunkach wilgotności względnej powietrza 55–65 % i temperatury otoczenia 20–24 °C.

### Zużycie trybologiczne

– Zużycie trybologiczne wyznaczano na podstawie pola powierzchni śladu pozostawionego na próbce po wykonaniu testu niszczącego na stanowisku *pin-on-disc*. Na podstawie gęstości próbki i objętości śladu zużycia wyznaczano ubytek masy. Test polegał na zarysowaniu powierzchni próbki przez poruszającą się po okręgu przeciwpróbkę zakończoną kulką. Ubytek materiału wyznaczano z wykorzystaniem profilografometru Taylor Hobson firmy Talysurf:

- średnica głowicy pomiarowej 1 mm,
- obciążenie 80 g,
- liczba cykli 15 000,
- wymiary uchwytu badawczego  $\varnothing$  25 mm.

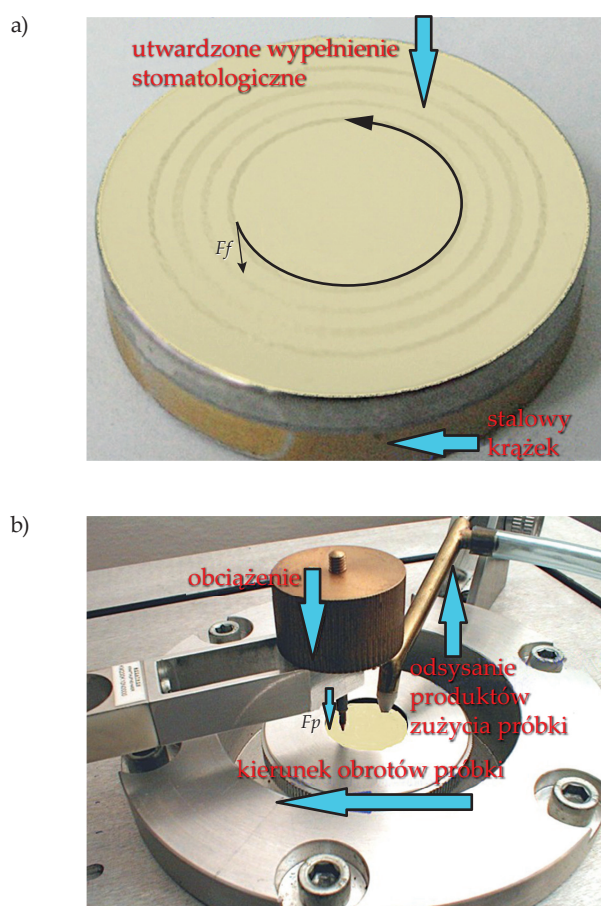
Zgodnie z zaleceniami producenta na urządzeniu przed pomiarem ustawiono docisk o wartości 1 mN.

Na stanowisku *pin-on-disc* wyznaczano również wartości współczynnika tarcia, jako średnią z poszczególnych odczytów urządzenia przypadających na jeden obrót próbki wokół własnej osi  $r$  (rys. 3). Natomiast przekrój poprzeczny zużycia badano co 18°. Przeprowadzono po 3 serie obrotu kulki, za każdym razem w innym miejscu na poszczególnych próbkach kompozytów. Podczas jednej serii pomiarowej wykonywano 12 000 cykli wokół osi  $r$ , zgodnie z normą PN EN ISO 20808:2004. Współczynnik tarcia obliczano według wzoru:

$$\bar{\mu} = \frac{1}{n} \cdot \left( \frac{Ff_1}{Fp} + \frac{Ff_2}{Fp} + \frac{Ff_n}{Fp} \right) \quad (1)$$

gdzie:  $\bar{\mu}$  – średnia arytmetyczna współczynnika tarcia,  $Ff$  – wartość siły tarcia (N),  $Fp$  – przyłożone obciążenie (N),  $n$  – liczba prób.

– W ramach badań wykonano też serię pomiarów 2D metodą bezstykową na odcinku 0,5 mm punktów rów-



Rys. 3. Próbka: a) kompozytu stomatologicznego, b) kompozytu zamontowanego w uchwycie urządzenia typu *pin-on-disc*  
Fig. 3. Graphical illustration of: a) dental composite sample, b) composite sample mounted in the *pin-on-disc* holder

noległych do siebie w odstępach  $> 10 \mu\text{m}$ , zgodnie z normą ISO 4287:1997. Urządzenie pomiarowe było wyposażone w głowicę ślizgową z diamentową końcówką o średnicy  $\varnothing 5 \mu\text{m}$ . Pomiary powtórzone 5 razy dla celów statystycznych. Za pomocą profilometru wyznaczono przekrój poprzeczny wgłębienia powstałego w wyniku zużycia materiału próbki.

Pomiary kompozytów stomatologicznych za pomocą profilografometru Taylor Hobson przeprowadzono w warunkach laboratoryjnych. Pierwsza seria pomiarów miała na celu porównanie zużycia kompozytów stomatologicznych z różną zawartością fazy nieorganicznej, której ilość i rozmieszczenie w organicznej osnowie wpływa na kinetykę procesu polimeryzacji [36].

Celem drugiej serii pomiarów było porównanie wartości współczynnika tarcia próbek kompozytów uzyskanych za pomocą różnych metod pomiarowych.

### Twardość materiałów kompozytowych

Właściwości mechaniczne sprężysto-plastycznych materiałów dentystycznych [37, 38] oraz detekcję śladów degradacji powierzchni wywołanej starzeniem [39] można ocenić na podstawie oznaczanej twardości.

Twardość kompozytów stomatologicznych oznaczano metodą Shore'a, wg normy PN-EN ISO 868: 2005, na podstawie oporu, jaki stawiała badana próbka podczas zagłębiania w niej iglicy pomiarowej. Pomiar wykonano przy użyciu twardościomierza AFFRI Hardness Tester model ART.13 pod obciążeniem 10 N. Czas penetracji wgłębnika wynosił 5 s, rozdzielczość urządzenia – 0,1 według skali Shore'a A. Pomiar powtórzono 5 razy w celach statystycznych. Próbki pomiarowe otrzymano w wyniku naniesienia kompozycji stomatologicznej pomiędzy szkiełka laboratoryjne, dociśnięcie ich przy użyciu prasy z siłą 0,6 kN, a następnie utwardzenie światłem lampy halogenowej wg schematu z tabeli 1 i 2. Otrzymano próbki o wymiarach 15 × 11 × 1,8 mm.

#### Przyczepność materiału kompozytowego do podłoża

Przyczepność materiału kompozytowego do podłoża wpływa na integralność twardych tkanek zęba i determinuje odporność kompozytu na działanie siły ścinającej [40].

Przyczepność określano na podstawie odporności na zerwanie pod wpływem działania siły ścinającej, przeliczonej na jednostkę powierzchni przylegania kompozytu do stalowego podłoża o współczynniku chropowatości  $Ra = 0,36$ . Badania wykonano przy użyciu maszyny wytrzymałościowej Zwick/Roell Z 2.5 o wartości skoku pomiarowego 0,5 N, sile wstępnej 25 N, prędkości przemieszczania się głowicy 1 mm/min, średnicy próbki 12 mm, powierzchni próbki 113,1 mm<sup>2</sup>. Przyczepność obliczano z zależności:

$$\text{Przyczepność} = \frac{N}{A} \quad (\text{MPa}) \quad (2)$$

gdzie:  $N$  – wartość siły, przy której następuje zerwanie próbki ( $N$ ),  $A$  – pole powierzchni kontaktu fazy organicznej kompozytu z podłożem stalowym (mm<sup>2</sup>).

Pole powierzchni fazy organicznej ( $A$ ) obliczano jako różnicę pola powierzchni kompozytu ( $L$ ) i pola powierzchni fazy nieorganicznej [41], wg równania (3):

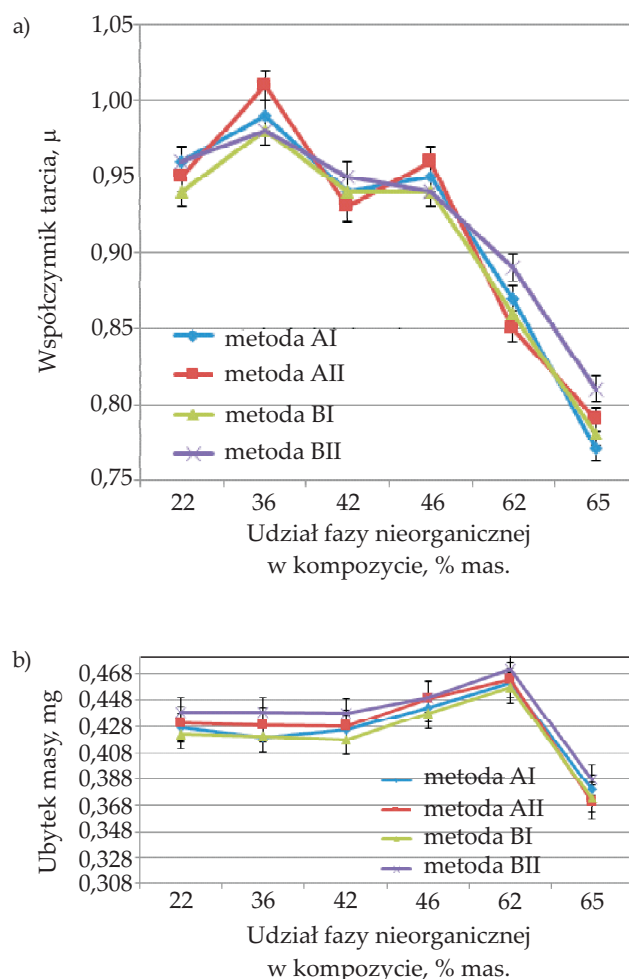
$$L - S = L - \frac{A_{\text{sfera}} \Phi}{V_{\text{sfera}} \rho} = L - \frac{\pi d^2 \Phi}{\frac{1}{6} \pi d^3 \rho} = L - \frac{6\Phi}{d\rho} = A \quad (3)$$

gdzie:  $S$  – powierzchnia właściwa (m<sup>2</sup>/g) fazy nieorganicznej,  $A_{\text{sfera}}$  i  $V_{\text{sfera}}$  – pole powierzchni i objętość kuli,  $\Phi$  – ułamek masowy fazy nieorganicznej,  $\rho$  – gęstość stopionej krzemionki ( $2,2 \cdot 10^6$  g/m<sup>3</sup>),  $d$  – średnica cząstek (m).

#### WYNIKI I ICH OMÓWIENIE

Wyniki pomiarów współczynnika tarcia (tabela 4) badanych kompozytów stomatologicznych zapisano w postaci plików cyfrowych, które następnie analizowano za pomocą oprogramowania TriboTester v2.6. Wpływ udziału fazy nieorganicznej w kompozycie na współ-

czynnik tarcia i zużycia ilustrują rys. 4 i tabela 5. Z powierzchni, na których podstawie wyznaczano ubytek masy próbki wykonano topogram śladu zużycia próbki. Przykładowe wyniki zamieszczono na rys. 4 i rys. 5. Stwierdzono, że udział fazy nieorganicznej w kompozycji stomatologicznej wpływa w sposób statystycznie istotny na wartość współczynnika tarcia próbek wypełnień stomatologicznych. Wartość współczynnika tarcia (12 000 cykli) maleje z 0,95 do 0,79 wraz ze wzrostem udziału fazy nieorganicznej. Wartość zużycia mierzona ubytkiem masy próbki zwiększa się od 0,430 mg do 0,468 mg wraz z udziałem fazy nieorganicznej do 62 % mas. (rys. 4), największe ubytki masy wykazywały kompozyty utwardzone metodą PULSE DELAY (o 1,7 % większe wartości niż wartości średnie). Stwierdzono istotne statystycznie różnice wartości współczynników tarcia oraz ubytku masy próbek wypełnień stomatologicznych jednego rodzaju polimeryzowanych różnymi metodami.



Rys. 4. Wpływ metody polimeryzacji na: a) współczynnik tarcia, b) ubytek masy kompozytów stomatologicznych o różnym udziale fazy nieorganicznej

Fig. 4. Effect of polymerization method on: a) the coefficient of friction, b) mass loss of dental composites with different inorganic phase content

**T a b e l a 4.** Współczynnik tarcia w odniesieniu do określonej liczby cykli obrotu próbek kompozytów stomatologicznych**T a b l e 4.** Coefficient of friction determined for a given number of rotation cycles of dental composite samples

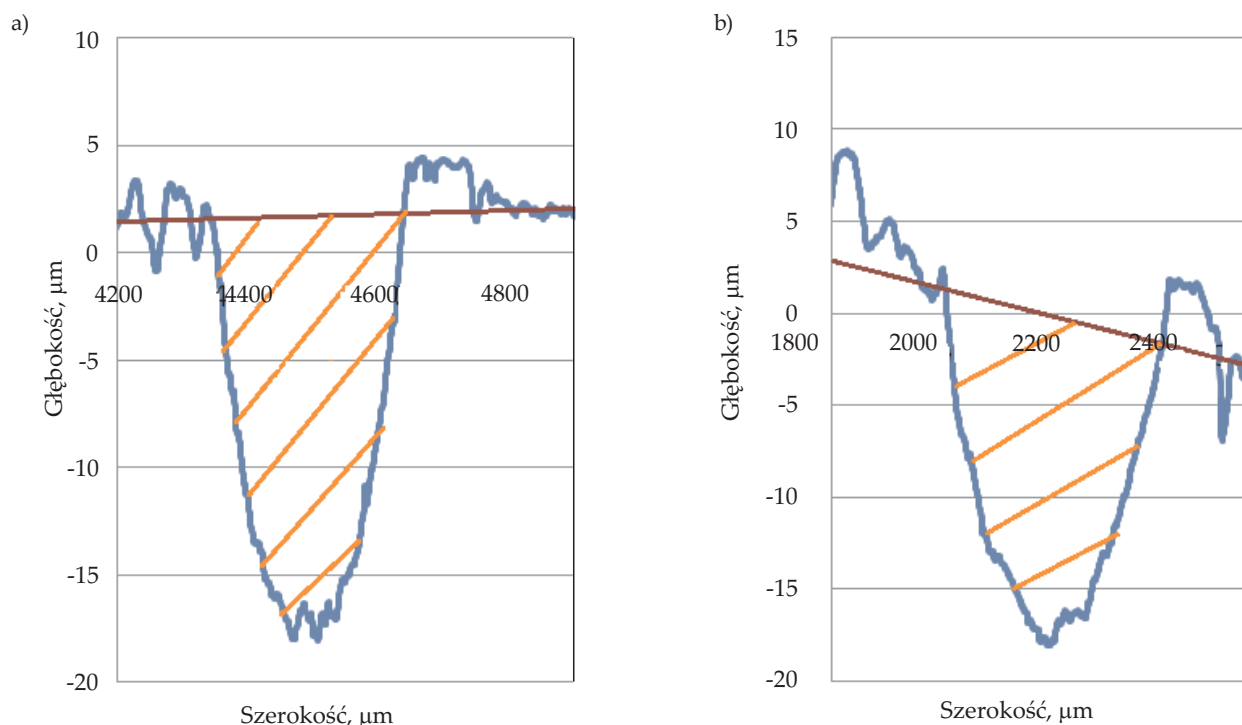
Udział napełniacza nieorganicznego w kompozycji, % mas.	Metoda naświetlania	Współczynnik tarcia, $\mu$		
		1500 cykli	6000 cykli	12 000 cykli
22	AI	0,86	0,93	0,96
	AII	0,85	0,91	0,95
	BI	0,85	0,93	0,94
	BII	0,87	0,94	0,96
36	AI	0,89	0,98	0,99
	AII	0,88	0,99	1,01
	BI	0,91	0,98	0,98
	BII	0,89	0,99	0,98
42	AI	0,66	0,78	0,94
	AII	0,65	0,77	0,93
	BI	0,67	0,78	0,94
	BII	0,65	0,76	0,95
46	AI	0,89	0,94	0,95
	AII	0,87	0,95	0,96
	BI	0,88	0,96	0,94
	BII	0,88	0,94	0,94
62	AI	0,79	0,84	0,87
	AII	0,77	0,85	0,85
	BI	0,80	0,85	0,86
	BII	0,78	0,86	0,89
65	AI	0,68	0,74	0,77
	AII	0,67	0,75	0,79
	BI	0,69	0,74	0,78
	BII	0,68	0,76	0,81

**T a b e l a 5.** Parametry zużycia trybologicznego próbek utwardzonych kompozytów stomatologicznych**T a b l e 5.** Parameters of tribological wear of polymerized dental composite samples

Udział napełniacza nieorganicznego w kompozycji, % mas.	Metoda naświetlania	Ubytek masy mg	Zużycie $\mu\text{m}^2$	Gęstość próbki <sup>*)</sup> $\text{kg}/\text{m}^3$
22	AI	0,4273	4342,7	1975,84
	AII	0,4302	4322,1	
	BI	0,4224	4319,8	
	BII	0,4389	4349,2	
36	AI	0,4195	4256,9	2087,28
	AII	0,4290	4265,3	
	BI	0,4200	4251,9	
	BII	0,4390	4274,6	
42	AI	0,4251	4574,5	2026,38
	AII	0,4276	4567,3	
	BI	0,4279	4573,1	
	BII	0,4378	4578,2	
46	AI	0,4420	4001,9	1945,94
	AII	0,4494	4021,1	
	BI	0,4380	4009,2	
	BII	0,3501	4007,5	
62	AI	0,4612	4525,1	2171,84
	AII	0,4633	4533,7	
	BI	0,4574	4529,8	
	BII	0,4712	4529,9	
65	AI	0,3800	4374,5	1733,66
	AII	0,3702	4379,5	
	BI	0,3734	4369,9	
	BII	0,3871	4378,2	

\*) Wyznaczone metodą piknometryczną.

\*) Determined by the pycnometric method.



Rys. 5. Przekrój poprzeczny wgłębienia powstałego na skutek zużycia utwardzonego kompozytu z udziałem: a) 65 % mas. fazy nieorganicznej, b) 62 % mas. fazy nieorganicznej

Fig. 5. Cross-section of the wear scar of polymerized dental composite: a) composite with 65 wt % inorganic phase content, b) composite with 62 wt % inorganic phase content

T a b e l a 6. Wpływ sposobu naświetlania na twardość usieciowanego materiału

T a b l e 6. Effect of light-curing mode on the hardness of crosslinked dental composites

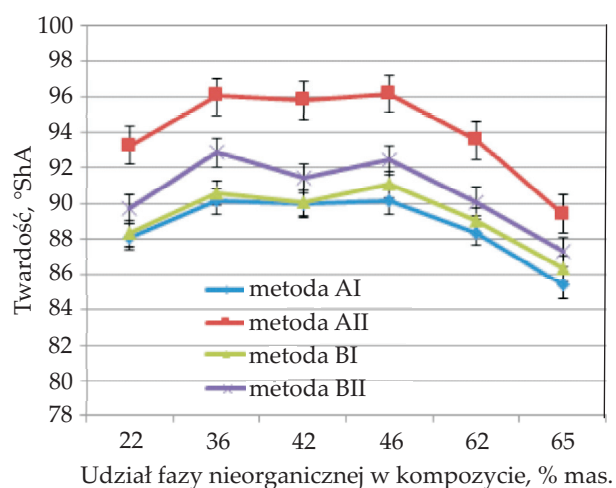
Udział napełniacza nieorganicznego w kompozycji % mas.	Naświetlanie próbki			
	Ciągłe jednorodne (AI)	Ciągłe ze zmiennym natężeniem (AII)	Przerywane jednorodne (BI)	Przerywane ze zmiennym natężeniem (BII)
	Twardość, °ShA			
22	88,10	93,25	88,30	89,68
36	90,10	96,06	90,55	92,85
42	89,97	95,78	90,02	91,39
46	90,15	96,19	91,05	92,43
62	88,37	93,54	88,98	90,08
65	85,42	89,38	86,32	87,27

Wyniki badań twardości wykonanych metodą Shore'a poszczególnych próbek kompozytów stomatologicznych zebrano w tabeli 6 i na rys. 6.

Metoda naświetlania w sposób istotny wpływała na twardość spolimeryzowanego kompozytu stomatologicznego [42]. Twardość wypełnień zależała od sposobu tworzenia się centrów aktywnych w materiale kompozytu [43]. Największą twardość wykazywały kompozyty stomatologiczne naświetlane metodą SOFT-START – 96 °ShA, a najmniejszą naświetlane metodą ciągłą – 88 °ShA, co potwierdza wyniki badań przedstawione w publikacji [44]. Naświetlanie cykliczne pozwala na spowolnienie kinetyki polimeryzacji, a przedłużenie fazy preżelowej (metodą SOFT-START) [45] umożliwia ograniczenie naprężeń w kompozycie stomatologicznym.

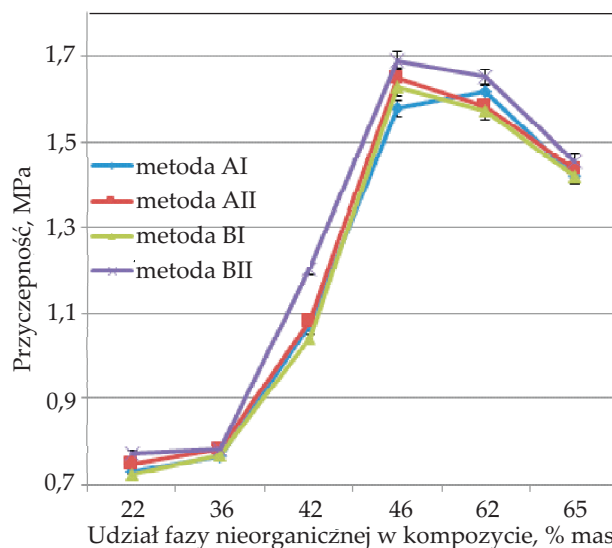
Stwierdzono, że kompozycje stomatologiczne z udziałem 36–46 % mas. napełniacza nieorganicznego wykazują twardość o 7 % większą niż pozostałe próbki. Zwiększenie ilości napełniacza w kompozycji wpływa na zwiększenie sztywności wypełnienia [45]. Kompozyty z dużą zawartością fazy nieorganicznej charakteryzuje minimalna wartość naprężeń ścinających [46]. W materiałach stomatologicznych wraz ze wzrostem ilości napełniacza zmniejsza się wartość skurczu polimeryzacyjnego oraz sprężystość materiału [47].

Badania przyczepności kompozytu stomatologicznego do podłoża obejmowały określenie maksymalnej siły ścinającej w zależności od udziału fazy nieorganicznej w materiale wypełnienia (22–65 % mas. wg tabeli 3), w odniesieniu do zastosowanej metody naświetlania próbki (rys. 7, tabela 7).



Rys. 6. Wpływ sposobu naświetlania na twardość usieciowanych kompozytów stomatologicznych

Fig. 6. Effect of light-curing mode on the hardness of crosslinked dental composites



Rys. 7. Wpływ sposobu naświetlania na przyczepność próbki usieciowanego materiału wypełnień stomatologicznych

Fig. 7. Effect of light-curing mode on the adhesion of polymerized dental filling materials

T a b e l a 7. Wpływ sposobu naświetlania na przyczepność kompozytów stomatologicznych

T a b l e 7. Effect of light-curing mode on the adhesion of dental composites

Udział napełniacza nieorganicznego w kompozycji % mas.	Metoda naświetlania	Siła zrywająca N	Przyczepność próbki MPa	Wartość uśredniona przyczepności MPa
22	AI	83,8	0,731	0,743
	AII	84,5	0,747	
	BI	82,8	0,722	
	BII	87,2	0,771	
36	AI	84,2	0,764	0,774
	AII	85,1	0,782	
	BI	85,7	0,768	
	BII	86,4	0,784	
42	AI	121,0	1,070	1,099
	AII	122,5	1,083	
	BI	120,9	1,039	
	BII	121,6	1,204	
46	AI	185,0	1,578	1,636
	AII	186,4	1,648	
	BI	186,3	1,627	
	BII	184,8	1,691	
62	AI	102,0	1,615	1,604
	AII	103,1	1,580	
	BI	101,5	1,570	
	BII	101,8	1,650	
65	AI	161,0	1,419	1,432
	AII	162,4	1,436	
	BI	160,2	1,417	
	BII	161,5	1,428	



Otrzymane wyniki sprawdzano pod względem rozkładu normalnego za pomocą testu Shapiro-Wilka. Porównano wartości średnie siły zrywania próbki od podłoża stalowego za pomocą testu Tukeya i wybrano 0,05 jako poziom istotności statystycznej.

Stwierdzono, że sposób naświetlania wpływa na przyczepność kompozytów stomatologicznych do podłoża stalowego. Największą siłę zrywającą uzyskano w wypadku kompozytu naświetlanego metodą PULSE DELAY. Stwierdzono również zwiększenie przyczepności wraz z udziałem fazy nieorganicznej w kompozycji w zakresie 22–46 % mas. Naprężenia geometryczne w materiale wypełnienia, występujące podczas tworzenia utwardzonej struktury, powodują zerwanie oddziaływań między fazą organiczną kompozycji a powierzchnią podłoża (płytki stalowej) [33] i uniemożliwiają właściwe przyleganie kompozytu do podłoża [48].

### PODSUMOWANIE

Na podstawie analizy wyników przeprowadzonych badań stwierdzono zależność właściwości mechanicznych kompozytów stomatologicznych od metody ich fotopolimeryzacji. Sposób i skala deformacji powierzchni poddawanej zużyciu podczas wyznaczania współczynnika tarcia w wypadku kompozytów stomatologicznych zależą od struktury i rodzaju napelnacza. Badane kompozyty polimerowe wykazują różną twardość i podatność na odkształcenia, zależnie od ilościowego udziału fazy nieorganicznej. Celem dalszych prac będzie określenie wpływu rozmieszczenia i wymiarów cząstek fazy nieorganicznej na właściwości mechaniczne kompozytów stomatologicznych.

Uzyskane wyniki pozwalają na sformułowanie następujących wniosków:

- Metoda naświetlania kompozycji stomatologicznych wpływa w istotnym stopniu na twardość spolimeryzowanych wypełnień. Najkorzystniejszą metodą było naświetlanie SOFT-START.

- Na przyczepność kompozytów stomatologicznych do podłoża wpływa metoda ich naświetlania. Materiały naświetlane metodą PULSE DELAY wykazują wyraźnie większą (ok. 5 %) przyczepność niż materiały naświetlane pozostałymi metodami.

- Wraz ze zwiększeniem udziału fazy nieorganicznej zmniejsza się wartość współczynnika tarcia utwardzonego wypełnienia.

### LITERATURA

- [1] Wang R., Habib E., Zhu X.X.: *Dental Materials* **2018**, 34, 1014.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.03.022>
- [2] Cramer N.B., Stansbury J.W., Bowman C.N.: *Journal of Dental Research* **2011**, 90, 402.  
<https://doi.org/10.1177/0022034510381263>
- [3] Andrzejewska E., Marcinkowska A., Podgórska M. i in.: *Polimery* **2009**, 54, 325.
- [4] Habib E., Wang R.L., Wang Y.Z. i in.: *ACS Biomaterials Science Engineering* **2016**, 2 (1), 1.  
<https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.5b00401>
- [5] Stansbury J.W.: *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* **2000**, 12 (6), 300.  
<https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2000.tb00239.x>
- [6] Habib E., Wang R.L., Zhu X.X.: *Dental Materials* **2017**, 33, 280.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.12.008>
- [7] Ivanisevic A., Lainovic T., Blazic L., Vilotic M.: *Procedia Engineering* **2014**, 69, 921.  
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.03.071>
- [8] Obici A.C., Sinhorette M.A.C., Correr-Sobrinho L. i in.: *Journal of Applied Oral Science* **2005**, 13, 393.  
<http://dx.doi.org/10.1590/S1678-77572005000400015>
- [9] Mithra N.H., Priyadarshini H., Babita M.: *Journal of Conservative Dentistry* **2008**, 11 (2), 76.  
<https://doi.org/10.4103/0972-0707.44055>
- [10] Vouvoudi E.C., Sideridou I.D.: *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* **2012**, 10, 88.  
<https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2012.02.007>
- [11] Yazici A.R., Celik C., Dayangac B., Ozgunaltay G.: *European Journal of Dentistry* **2008**, 2, 240.
- [12] Turssia C.P., Ferracanea J.L., Vogel K.: *Biomaterials* **2005**, 26 (24), 4932.  
<https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2005.01.026>
- [13] Bociong K., Krasowski M., Domarecka M., Sokołowski J.: *Polimery* **2016**, 61, 499.  
<https://dx.doi.org/10.14314/polimery.2016.499>
- [14] Klapdohr S., Moszner N.: *Monatshefte für Chemie* **2005**, 136 (1), 21.  
<https://doi.org/10.1007/s00706-004-0254-y>
- [15] Srivastava R., Liua J., Hea C. i in.: *Materials Science & Engineering: C* **2018**, 88, 25.  
<https://doi.org/10.1016/j.msec.2018.01.011>
- [16] O'Donnell J.N., Schumacher G.E., Antonucci J.M., Skrtic D.: *Materials* **2009**, 2 (4), 1929.  
<https://doi.org/10.3390/ma2041929>
- [17] Kim J.W., Kim L.U., Kim C.K. i in.: *Biomacromolecules* **2006**, 7 (1), 154.  
<http://dx.doi.org/10.1021/bm0504911>
- [18] Ferracane J.L.: *Dental Materials* **2006**, 22 (3), 211.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.05.005>
- [19] Liu Y., Wang Y.: *Journal of Dentistry* **2013**, 41 (1), 71.  
<https://doi.org/10.1016/j.jdent.2012.10.006>
- [20] Azad E., Atai M., Zandi M. i in.: *Dental Materials* **2018**, 34, 1263.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.05.013>
- [21] Villat C., Pradelle-Plasse N., Picard B., Colon P.: *Materials Science and Engineering: C* **2008**, 28 (5–6), 971.  
<https://doi.org/10.1016/j.msec.2007.10.084>
- [22] Jakubiak J., Rabek J.F.: *Polimery* **2001**, 46, 522.
- [23] Jakubiak J., Rabek J.F.: *Polimery* **2001**, 46, 10.
- [24] Tor-Świątek A., Garbacz T., Jachowicz T.: *Cellular Polymers* **2016**, 35 (2), 67.
- [25] Garbacz T.: *Polimery* **2012**, 57, 865.

- <http://dx.doi.org/10.14314/polimery.2012.865>
- [26] Jachowicz T., Garbacz T., Tor-Świątek A. i in.: *International Journal of Polymer Analysis and Characterization* **2015**, 20 (4), 307.  
<https://doi.org/10.1080/1023666X.2015.1016788>
- [27] Nosal-Wiercińska A., Kaliszczak W., Grochowski M. i in.: *Journal of Molecular Liquids* **2018**, 253, 143.  
<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.01.041>
- [28] Bhandari N.L., Lach R., Grellmann W., Adhikari R.: *Macromolecular Symposia* **2012**, 315 (1), 44.  
<https://doi.org/10.1002/masy.201250506>
- [29] Tsujimoto A., Barkmeier W., Fischer N.G. i in.: *Japanese Dental Science Review* **2018**, 54 (2), 76.  
<https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2017.11.002>
- [30] Yip K.H., Smales R.J., Kaidonis J.A.: *The International Journal of Prosthodontics* **2004**, 17 (3), 350.
- [31] Fujii K., Carrick T.E., Bicker R., McCabe J.F.: *Dental Materials* **2004**, 20, 931.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2004.02.005>
- [32] Atai M., Yassini E., Amini M., Watts D.C.: *Dental Materials* **2007**, 23 (9), 1181.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.03.006>
- [33] Butikofer L., Stawarczyk B., Ross M.: *Dental Materials* **2015**, 31, 33.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.11.014>
- [34] Bayou S., Mouzali M., Aloui F. i in.: *Polymer* **2013**, 45, 863.
- [35] Aloui F., Lecamp L., Lebaudy P., Burel F.: *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* **2018**, 356, 418.  
<https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2018.01.023>
- [36] Andrzejewska E., Sądaj M.: *Polimery* **2008**, 53, 321.
- [37] Shahdad S.A., McCabe J.F., Bull S. i in.: *Dental Materials* **2007**, 23 (9), 1079.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.10.001>
- [38] Chicot D., Tricoteaux A.: "Ceramic Materials: Mechanical Properties of Ceramic by Indentation: Principle and Applications" (Ed. Wunderlich W.), IntechOpen, London 2010, str. 115–154.
- [39] Bürgin S., Rohr N., Fischer J.: *Head Face Medicine* **2017**, 13 (9), 1.  
<https://doi.org/10.1186/s13005-017-0142-4>
- [40] Johansson A.K., Omar R., Carlsson G.E., Johansson A.: *International Journal Dentistry* **2012**, 2012, 1.  
<http://dx.doi.org/10.1155/2012/632907>
- [41] Wang R., Habib E., Zhu X.X.: *Dental Materials* **2017**, 33 (10), 1139.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.07.012>
- [42] Georges A.J., Swift E.J., Thompson J.Y., Heymann H.O.: *Dental Materials* **2003**, 19, 406.  
[https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(02\)00084-2](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(02)00084-2)
- [43] Andrzejewska E.: „Fotochemia polimerów. Teoria i zastosowanie: Fotopolimeryzacja” (red. Pączkowski J.), Wydawnictwo Uniwersytetu Mikołaja Kopernika, Toruń 2003, str. 376–382.
- [44] Jakubiak J., Rabek J.F.: *Polimery* **2000**, 45, 659.
- [45] Domarecka M., Sokołowski K., Krasowski M. i in.: *Dental and Medical Problems* **2015**, 52 (4), 424.  
<https://doi.org/10.17219/dmp/59228>
- [46] "Dental Composite Materials for Direct Restorations" (Ed. Miletic V.), Springer, Gewerbestrasse, 2018, str. 89–95.
- [47] Price R.B., Rizkalla A.S., Hall G.C.: *American Journal of Dentistry* **2000**, 13 (4), 176.
- [48] Stansbury J.W., Dickens S.H., Choi K.M.: *Macromolecules* **2003**, 36 (16), 6043.  
<https://doi.org/10.1021/ma021675k>

Otrzymano 27 VI 2018 r.