

Ispitivanje otpornosti akrilata na vlak nakon različitih postupaka polimerizacije

Bela Gazafi i Krešimir Kraljević

Obratna ambulanta Železarne Jesenice

Zavod za mobilnu protetiku Stomatološkog Fakulteta, Zagreb

Primljeno 11. 6. 1984.

Sažetak

U ovom je istraživanju ispitivana otpornost na vlak toplo vezujućeg akrilatnog materijala za baze proteze (Biocryl R), nakon tri tehnološka postupka polimerizacije. Eksperimenti su izvršeni na univerzalnoj aparaturi za testiranje S.A.D.A.M.E.L., i sa pišačem Hewlett-Packard. Dobivene brojčane vrijednosti su obrađene na IBM računaru Student (T) testom i Snedecor (F) testom. Na osnovu statističke obrade dobivenih rezultata testiranja otpornosti na vlak nakon tri tehnološka postupka polimerizacije [$A = 68.62 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2$ (68.62 N/mm^2), $B = 62.21 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2$ (62.21 N/mm^2), $C = 65.35 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2$ (65.35 N/mm^2)] nije ustanovljena značajna razlika među dobivenim vrijednostima za mehaničku otpornost na vlak ispitivanog akrilatnog materijala. Samo iz ekonomskih razloga može se preporučiti metoda »A«, kao najkraći postupak polimerizacije.

Ključne riječi: akrilatne smole, mehanička svojstva, čvrstoća na vlak

UVOD

Kao što je u medicini liječenje ovisno od pravilne upotrebe lijekova, tako je uspjeh u radu stomatologa uvjetovan, među ostalim, i pridržavanjem pravila primjene materijala (Shapiro¹). Danas se u stomatologiji koriste razne vrste plastičnih masa, a najviše umjetne smole. Najčešće upotrebljavana smola je akrilatna smola proizvedena iz metakrilne kiseline. Većina današnjih totalnih i djelomičnih proteza izrađene su od poly (methyl methacrylata) koji se dobiva polimerizacijom methyl methacrylata. Od pravilnog postupka polimerizacije ovise mehaničke osobine polimerizata to jest konačnog protetiskog nadomjestka.

Mehaničko svojstvo materijala odnosi se na mehaničku otpornost materijala prema djelovanju nekih sila. Najvažnija mehanička svojstva su čvrstoća (na istezanje, pritisak, savijanje, odrez i sukanje) i tvrdoća, odnosno otpor prema zadiranju drugog tvrdog tijela. Čvrstoća na vlak je otpornost

materijala kojom se opire djelovanju sila, što ga nastoje prekinuti. To je dakle naprezanje u materijalu izraženo silom u Newtonima (N), koja djeluje na jedinicu površine početnog presjeka (Horvat²).

POLIMERIZACIJA AKRILATNIH MASA

Toplo vezujući akrilati dolaze u promet u obliku tekućine – monomera i praška – polimera. Monomer je čisti methyl methacrylat sa malom količinom hidrokinona koji se dodaje u cilju inhibicije polimerizacije za vrijeme skladištenja. Polimer se uobičajeno sastoji od praška oblikovan od malih sferičnih dijelova kojemu je dodan inicijator benzoyl peroxid. Pravilan omjer monomera i polimera može biti od značaja za strukturu gotove smole. Prekoračenje određenog omjera u jednom ili drugom pravcu ne čini posebne teškoće. Prosječan volumenski omjer je 3 : 1 a težinski 2 : 1. Monomer se dodaje polimeru u cilju dobivanja plastične mase koja se može postaviti u kalup. Uobičajeno se koristi vodena kupelj za polimerizaciju. Polimerizacija je egzotermična reakcija i oslobađanje topline važan je činilac u postupku izrade proteze. Sadreni kalup prati rast temperature vode od sobne temperature do 373 K (100 °C). Akrilatna smola prati taj rast do 343 K (70 °C). U tom se trenutku temperatura smole počne naglo povećavati. Na toj se temperaturi aktivira zadovoljavajući broj molekula benzoil peroksida dovoljan za početak lančane reakcije, što uzrokuje povišenje unutrašnje temperature smole iznad temperature vode u kojoj se vrši polimerizacija. Unutrašnja poroznost nastaje baš zbog tog povećanja temperature akrilatne mase iznad 373 K (100 °C). Takva poroznost značajno utječe na mehaničke osobine proteze i jedan je od mogućih uzroka loma proteze (Fletcher i sur.³) Točka vrenja monomera (378.8 K (100.8 °C)) je neznčajna iznad temperature vrenja vode. Ako se prekorači ta temperatura dolazi od isparavanja monomera i do stvaranja mjehurića. Ako se toplina iz debljih dijelova akrilne smole ne odvodi dosta brzo, u tom slučaju temperatura naraste iznad točke vrenja monomera. Iz toga slijedi da dostignuta temperatura za vrijeme polimerizacije ovisi od količine akrilatne smole i brzine kojom se egzotermična toplina odvodi, odnosno drugim riječima od brzine vezivanja. Ako je brzina vezivanja izazvana grijanjem iznad 343 K (70 °C) sporija, manji je rast temperature smole. Postoje različiti tipovi ciklusa vezivanja, ali su osnovne teorije oblikovane na osnovu opisane činjenice.

PROBLEM I CILJ ISTRAŽIVANJA

Mehaničke osobine akrilatnih masa važan su činilac otpornosti baze djelomičnih i totalnih proteza. Čvrstoća suvremenih akrilatnih materijala ne zadovoljava u cjelosti. Ispitivanje fizikalnih, kemijskih i mehaničkih osobina akrilatnih masa, usavršavanje novih materijala i metoda njihovog testiranja od ogromne su važnosti u kliničkoj stomatologiji. To rezultira suvremenim spoznajama, koje smanjuju broj neuspjeha.

Čvrstoća materijala otpor je određenog materijala prema promjeni oblika ili djeljenju na pojedine dijelove. Čvrstoća na vlak je otpornost materijala kojom se opire djelovanju sila koje ga nastoje prekinuti.

Za očekivati je da proces polimerizacije akrilatnih masa utječe na mehaničke osobine baza djelomičnih i totalnih proteza.

U ovom se istraživanju željelo ispitati kako različiti postupci polimerizacije utječu na otpornost akrilatne mase na vlak (rastezanje). Projčano najveći rezultati predstavljaju najveću otpornost određenog materijala na vlak. Testiranjem se također utvrđuje najpovoljnija metoda polimerizacije, koja će dati polimerizat najveće otpornosti na vlak.

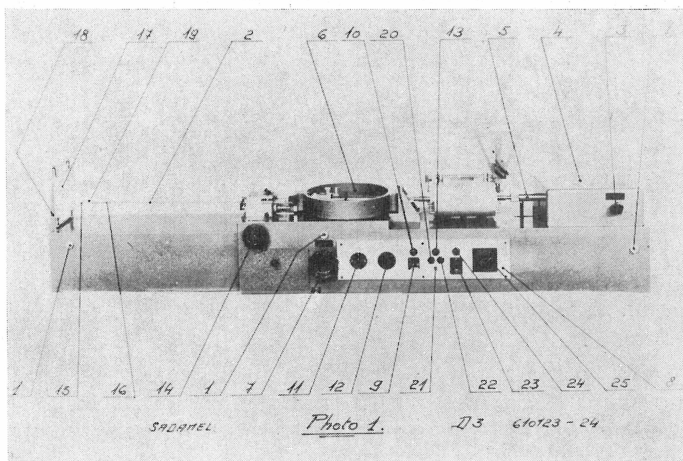
APARATURA, MATERIJAL I METODE

Ispitivanja su vršena na aparaturi švicarske proizvodnje S.A.D.A.M.E.L. (La chaux de fonds) typ Mg Emc. U tvorničkom izvornom obliku to je univerzalna aparatura za testiranje sa mehaničkim pisacem (Sl. 1).

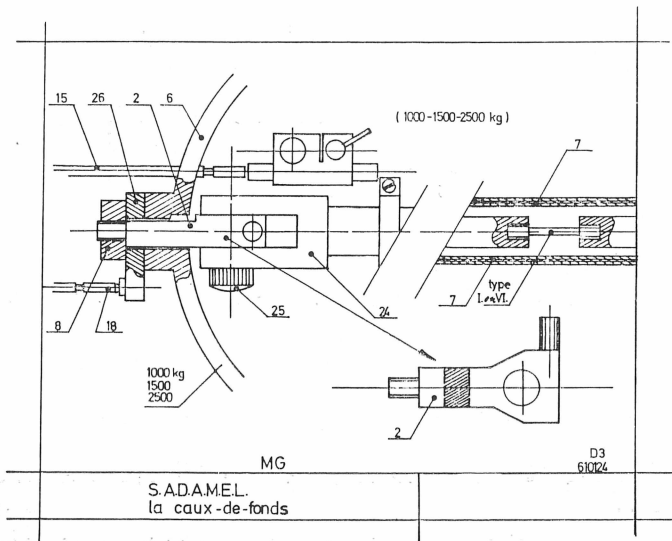
Radi veće preciznosti mjerenja preko pojačivača HBM na osnovnu aparaturu priključen je pisac Hewlett – Packard (7035 B X-Y Recorder) Univerzalni aparat i pisac uključuju se istovremeno. Brzina pomicanja nastavka za testiranje na aparaturi mora uvijek biti ista (0.07 mm/sec.). Pisac registrira otpor materijala na različita mehanička opterećenja horizontalnim pomakom od 2 mm/sec. S obzirom na razne vrste uzoraka, odnosno različita mehanička ispitivanja montiraju se na aparaturu različiti nastavci. Na slici 2 je prikazana shema nastavka za testiranje otpornosti na vlak.

Dvije čelične cijevi koje su pričvršćene na pokretnu osovinu mogu se pomicati ručno ili uz pomoć motora. Cijevi se približe jedna drugoj i uzorak se postavi u specijalne otvore. Na slici 3 se vidi postavljen uzorak u univerzalni aparat, koji kada se uključi registrira otpor materijala na vlak do trenutka kada se uzorak lomi.

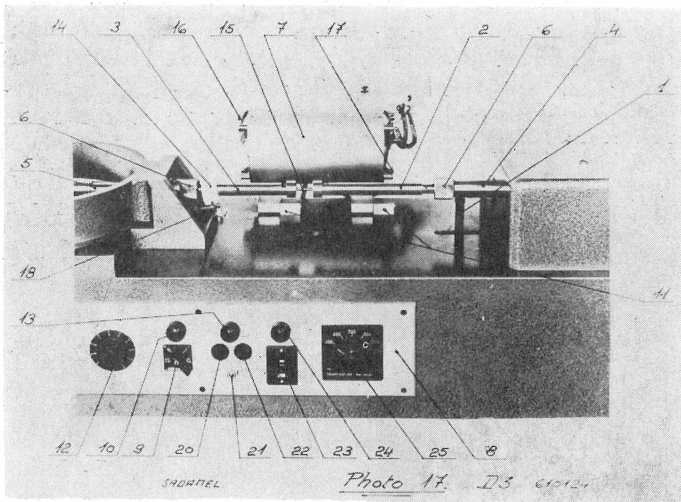
Izrada uzoraka za testiranje započeta je modelacijom voštanog uzorka koji je u svakoj dimenziji 2 mm veći od zahtijevane konačne dimenzije. Iz-



Slika 1. S.A.D.A.M.E.L. Univerzalni aparat za testiranje sa mehaničkim pisacem.



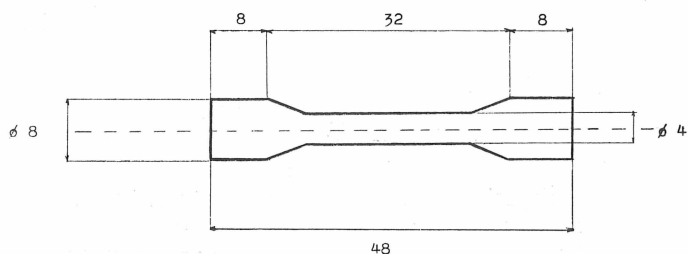
Slika 2. Shematski prikaz testiranja otpornosti na vlak.



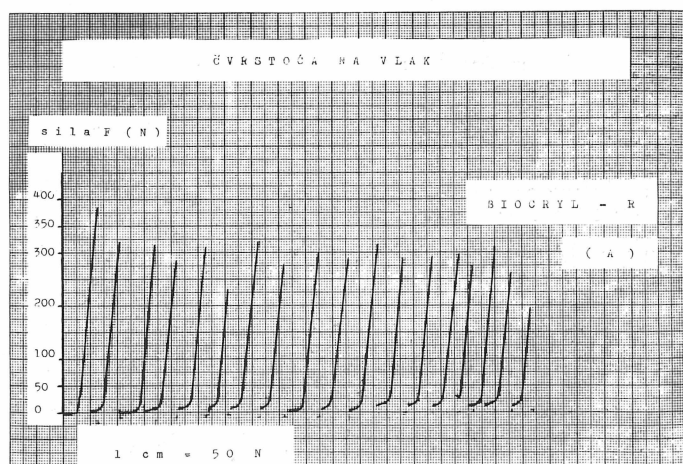
Slika 3. Ispitivanje otpornosti na vlak sa univerzalnim aparatom za testiranje S.A.D.A.M.E.L.

modelirani uzorak dugačak je 50 mm (-2 mm), promjera 10 mm (-2 mm) na krajevima, odnosno 6 mm (-2 mm) u središnjem dijelu. Na slici 4 prikazan je crtež obrađenog akrilatnog uzorka za testiranje otpornosti na vlak.

Na osnovi izmodeliranog voštanog uzorka izrađen je kalup od specijalne tvrde sadre u koji se ulijevao vosak za izradu svih daljnjih uzoraka. Na taj način pripremljeno je po 32 voštana uzorka za tri tehnološka postupka iz-



Slika 4. Crtež akrilatnog uzorka za testiranje otpornosti na vlak.



Slika 5. Ispitivanje čvrstoće na vlak.

rade, dakle ukupno 96 voštanih uzoraka. Ulagana su po 3 uzorka u kivetu. Za ispitivanja se koristio toplo polimerizirajući akrilat Biocryl R. Polimerizacija je vršena u vodenoj kupelji na električnom štednjaku, a temperatura je kontrolirana živinim termometrom. Uzorci za mehaničko ispitivanje pripremljeni su pomoću tri različita tehnološka postupka polimerizacije.

Metoda polimerizacije »A« najkraća je i kiveta se stavi u kipuću vodu, u kojoj se ostavi 30 minuta. Iza toga se odmah prebaci u hladnu vodu.

Postupak »B« počinje stavljanjem kivete u vodu sobne temperature i u vremenu od 30 minuta temperatura se povisi na 375 K (100 °C). Na toj temperaturi kiveta se drži daljnjih 30 minuta nakon čega se stavlja u hladnu vodu.

Metoda polimerizacije »C« najdulja je i počinje uranjanjem kivete u vodu sobne temperature. U vremenu od 30 minuta temperatura se povisi na 343 K (70 °C) i na toj temperaturi kiveta se drži daljnjih 30 minuta. Do 373 K (100 °C) se povisi za daljnjih 30 minuta i na toj se temperaturi ostavi 30 minuta. Iza završene polimerizacije kiveta se ostavi u istoj vodi do potpunog ohlađenja.

Kad se postupak polimerizacije završi kivete se otvaraju, sa uzoraka se odstrani sadra, izvrši se prvo gruba i zatim fina obrada tokarskim strojem u središnjem dijelu.

Uzorci pripremljeni na opisani način podvrgnuti su ispitivanju. Testiranje otpornosti na vlak počinje približavanjem dvije čelične cijevi da bi se na zadovoljavajućoj udaljenosti uzorak postavio u ležište. U pisac se postavi milimetarski papir i ukopča se istovremeno sa univerzalnim strojem za testiranje. Počinje rastezanje materijala što pisac registrira. Kada dolazi do pucaanja materijala prestane djelovanje pisaca. Dobije se karakteristični prikaz rezultata testiranja što se vidi na slici 5.

Jedan centimetar na milimetarskom papiru predstavlja 50 N. Duljina krivulje označava otpornost određenog uzorka na vlak. Naravno, da bi se dobio rezultat koji se može usporediti sa drugim, svaki uzorak se prije postavljanja u aparaturu izmjeri pomičnim mjerilom u najužem obrađenom dijelu. Vrijednost dobivena očitavanjem krivulje, koja je u Newtonima podijeli se sa presjekom uzorka koja je u mm², i dobije se čvrstoća materijala na vlak izražena u N/mm² (N/m²).

$$\Sigma_n = \frac{F}{A} \text{ (N/mm}^2\text{)}$$

$$\Sigma_n = \frac{F}{\frac{d^2 \Pi}{4}} = \frac{4F}{d^2 \Pi}$$

Tako dobivena brojčana vrijednost je objektivni pokazatelj čvrstoće određenog uzorka na vlak. Prikazana krivulja na slici 5 je za tehnološki postupak »A«. Isti takav prikaz rezultata (naravno sa drugim vrijednostima) se dobije i za postupak »B« i »C«.

Statistička obrada vršena je pomoću IBM računara. Rezultati mehaničkih pokusa, uzoraka izrađenih pomoću tri različita tehnološka postupka programirani su u računar. Prvo su izračunate srednje vrijednosti i standardne devijacije, i zatim je statistička obrada vršena pomoću Student (T) testa i Snedecor (F) testa. Razlike među rezultatima su uzimane značajnim ako se to moglo tvrditi sa manje od 1% vjerojatnošću ($p < 0.01$) Luković i sur.⁴ Student test izračunat na osnovi srednjih vrijednosti pokazuje, da li postoje statistički značajne razlike među tehnološkim postupcima polimerizacije s obzirom na dobivene vrijednosti čvrstoće na vlak. Drugim riječima može li se određeni

tehnološki postupak preporučiti kao bolji od drugih. Snedecor test uspoređuje standardne devijacije rezultata različitih tehnoloških postupaka i na osnovu toga se može zaključiti da li su rezultati Student testa vjerodostojni. Naime, ako su standardne devijacije prevelike, rezultati Student testa nisu objektivni odnosno obratno.

REZULTATI

Ispitivanje je izvršeno na 93 uzorka. Mora se napomenuti da kod pojedinih uzoraka postoji varijacija od broja 32, najviše – 2, a rezultat je loma uzoraka u toku same tokarske obrade. Ta brojčana razlika u uzorcima ne utječe na statističku obradu. Na računskom listiću postupakkolimerizacije »A« je označen brojem 1, metoda »B« brojem 2, a metoda »C« brojem 3.

BIOCRYL – VLAK			ST. MERITEV	POV. VREDNOST	ST. ODKLON
76.43	50.60	61.22			
71.87	66.34	58.08			
92.44	56.39	65.24			
72.24	66.30	67.20			
54.98	54.16	65.19			
71.08	62.18	59.23			
66.33	65.19	64.20			
65.22	66.24	64.14			
66.17	56.22	71.03			
67.20	69.29	66.27			
68.61	62.35	69.00			
68.55	61.18	52.32			
52.68	61.75	62.18			
72.55	68.61	69.29			
67.36	56.95	63.12			
55.94	66.22	66.40			
68.63	65.14	65.27			
73.36	65.11	58.41	30	68.62	7.74
55.13	61.84	66.04	32	62.21	6.00
75.73	62.16	73.37	34	65.35	4.67
66.22	64.19	70.59			
72.24	64.20	69.97			
68.63	65.08	66.30	T-TEST !	2	3
75.85	74.22	56.84	-----	-----	-----
69.83	53.74	65.98	1 !	3.66	2.00
69.83	62.18	68.24	2 !		-2.31
71.03	54.01	68.13			
66.22	65.15	69.31			
74.65	45.85	65.47	F-TEST !	2	3
62.61	68.12	69.16	-----	-----	-----
0.00	66.98	68.70	1 !	1.78	2.84
0.00	62.71	0.00	2 !		1.59

Slika 6. Biocryl R — Računska obrada rezultata testiranja čvrstoće na vlak.

Na slici 6 je prikazana računski obrada rezultata testiranja čvrstoće na vlak za materijal Biocryl – R izrađen pomoću tri različita tehnološka postupka polimerizacije.

Za Student (T) test dobiveni su slijedeći rezultati:

$$(1 > 2) \wedge (1 \approx 3) \wedge (2 \approx 3) \rightarrow 1 \approx 2 \approx 3$$

Na osnovi Student testa može se zaključiti da ne postoje razlike u rezultatima ispitivanja tri različita tehnološka postupka polimerizacije.

Rezultat Snedecor (F) testa

$$(1 \approx 25) \wedge (1 > 3) \wedge (2 \approx 3) \rightarrow 1 \approx 2 \approx 3$$

Snedecor test pokazuje da nije bilo značajnog rasapa dobivenih rezultata ispitivanja niti pri jednom tehnološkom postupku, i to potvrđuje da razlike u metodi »A«, »B« i »C« ne postoje.

RASPRAVA

Na protezu djeluju različite sile opterećenja. Craig i suradnici⁵ su procavali djelovanje opterećenja na gornje totalne proteze. Pomoću trodimenzionalne fotoelastične analize ustanovili su da općenito najveće opterećenje na vlak proteza trpi u srednjoj liniji.

U ovom ispitivanju očekivani su različiti rezultati mehaničkog testiranja s obzirom na tehnološke postupke izrade. Upotrebljene metode su formirane na osnovi postojećih principa. Već je dokazano, ako se temperatura vode drži na 343 K (70 °C) 30 minuta, ne dolazi do ishlapljivanja monomera. U suprotnom bi se očekivalo da ishlapljeli monomer formira mjehuriće, i baš bi to smanjivalo mehaničke kvalitete (Skinner i Phillips⁶).

Dobivene vrijednosti čvrstoće na vlak za Biocryl-R nakon tri razna tehnološka postupka polimerizacije bile su potpuno iste. Testiranjem Student testom nije ustanovljena statistički značajna razlika, što znači da su potpuno iste mehaničke osobine materijala dobivene bilo kojom od tri metode polimerizacije. Snedecor test samo potvrđuje te rezultate. Naime, nije bilo značajnog rasapa dobivenih rezultata ispitivanja niti pri jednom tehnološkom postupku.

Mora se napomenuti da nakon ovog ispitivanja preporuka za određeni postupak polimerizacije akrilatne mase ne uključuje i biološku podnošljivost. Ispitivana je samo čvrstoća na vlak, ne obazirući se na druga mehanička svojstva.

ZAKLJUČCI

1. Na osnovi dobivenih vrijednosti otpornosti na vlak za akrilatnu masu Biocryl-R može se reći da je nezahjevna. To stoga što su nakon tri različita postupka polimerizacije dobivene iste vrijednosti za mehaničko svojstvo otpornosti na vlak, što je neočekivan rezultat.

2. Rezultati dobiveni u ovom istraživanju sugeriraju primjenu najkraćeg i najekonomičnijeg postupka polimerizacije tj. metode »A« u ovom ispitivanju.

3. Postupak polimerizacije koji se nakon ovog istraživanja preporučuje ne uključuje biološku podnošljivost niti ne govori o ostalim mehaničkim osobinama ispitivane akrilatne mase.

Literatura

1. SHAPIRO, M.: The scientific bases of dentistry. W. B. Saunders Comp., Philadelphia and London 1966.
2. HORVAT, O.: Mala mehanička tehnologija, Tehnička knjiga, Zagreb, 1965.
3. FLETCHER, A. M., TURNER, C. H., RITCHIE, G. M.: Denture marking methods and Induced stress, Brit. J., 142 (7):224–226, 5 Apr. 1977.
4. LUKOVIĆ, G., IVANKOVIĆ, D., VU-LETIĆ, S.: Statistika, Zagreb, 1981.
5. CRAIG, R. G., FARAH, J. W.: Three-dimensional photoelastic stress analysis of maxillary complete dentures, J. Prosthet. Dent., 31 (25):122–129, February, 1974.
6. SKINNER, E., PHILLIPS, R.: The science of dental Materials. Sixth Ed. Saunders Comp., Philadelphia – London 1967.

TESTING OF THE TENSILE STRENGTH OF ACRYLICS PROCESSED BY DIFFERENT POLYMERIZATION TECHNOLOGIES**Summary**

The tensile strength of thermosetting acrylics on the base of prostheses (Biocryl-R) following three different polymerization technique has been tested. The experiments were conducted in a S.A.D.A.M.E.L. universal test appliance equipped with a Hewlett Packard recorder. The numerical values obtained were processed using an IBM computer with Student's test and Snedecor's F test. On the basis of the statistical analysis of the tensile strength test results following three different polymerization technologies ($A = 68.62 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2$ (68.62 N/mm^2), $B = 62.21 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2$ (62.21 N/mm^2), $C = 65.35 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2$ (65.35 N/mm^2)) no significant differences among the values obtained for mechanical resistance to tensile strength of the acrylics studied could be demonstrated. Method A could be recommended for economic reasons only, as it is the shortest polymerization technology.

Key words: acrylic resins, mechanical properties, tensile strength