

Ispitivanje čvrstoće na savijanje topopolimeriziranih akrilatnih smola

Krešimir Kraljević i Bela Gazafi

Zavod za mobilnu protetiku, Stomatološki fakultet Zagreb
Obratna ambulanta Železarne Jesenice

Primljeno: 4. 12. 1985.

Sažetak

Poznavanje mehaničkih i kemijskih svojstava akrilatnih materijala za mobilne proteze ima veliko praktično značenje u tehnologiji njihove izrade. Otpornost akrilatnih smola na mehanička opterećenja bitno se razlikuje ovisno o sastavu određenog materijala i tehnološkom postupku polimerizacije. Htjelo se istraživati kako različiti postupci polimerizacije utječu na mehaničko svojstvo čvrstoće na savijanje različitih topopolimeriziranih akrilatnih smola, koje se upotrebljavaju za izradu baza mobilnih proteza. Ispitivanje je provedeno na aparaturi S.A.D.A.M.E.L. TYP MG-EMC. Uzorci za testiranje pripremljeni su na tri različita postupka polimerizacije: kratki, produženi i dugi postupak. Testiranje je izvršeno na ukupno 268 uzoraka akrilatnih smola Paladon 65, Superacryl-special i Biocryl-R. Najviša vrijednost čvrstoće na savijanje za akrilat Paladon 65 (171,48⁰) dobivena je kod testiranja uzoraka dobivenih najduljim postupkom polimerizacije. Za Superacryl Special dobivena je približno ista vrijednost za čvrstoću na savijanje nakon produženog i dugog postupka polimerizacije (171,88⁰ i 171,91⁰). Nije bilo statistički značajne razlike među dobivenim vrijednostima za čvrstoću na savijanje nakon sva tri postupka polimerizacije kod uzoraka akrilata Biocryl-R (171,56⁰, 172,02⁰ i 171,53⁰), što znači da taj materijal ima najmanje zahtjeve što se postupka polimerizacije tiče.

Ključne riječi: akrilatne smole, čvrstoća na savijanje

UVOD

Stomatološki se materijali, kako osnovni tako i pomoćni, podvrgavaju različitim postupcima obrade u laboratoriju. Mehanička svojstva materijala koji se upotrebljavaju za izradu baza mobilnih proteza moraju se uvažavati

pri izboru vrste konstrukcije. Za vrijeme priređivanja hrane u ustima proteza je izložena opterećenju, koje se pri žvačnim pokretima dnevno ponavlja od 1400–1500 puta, iza čega se u protezama stvara napetost. U raznim fazama žvakanja: odgrizanju, mrvljenju i usitnjavanju hrane napetost u protezi se mijenja. U protezi se javljaju sile tlaka, rastezanja i savijanja. Ako naprezanje nadmaši sile molekularne kohezije baznog materijala dolazi do njegove deformacije i loma. Poznavanje mehaničkih i kemijskih svojstava akrilatnih materijala za baze mobilnih proteza ima veliko praktično značenje u tehnologiji izrade mobilnih proteza. Nepoštivanje tehnologije korištenja materijala može dovesti do slabljenja mehaničke otpornosti i pojave negativnih osobina.

ČVRSTOĆA AKRILATNIH SMOLA NA SAVIJANJE

Čvrstoća je otpor materijala prema promjeni oblika ili dijeljenju na pojedine dijelove.¹ Deformacija (promjena oblika), pri njezinom dovoljnom razvijanju, dovodi do razaranja – raspadanja na dijelove. Razaranja materijala pod djelovanjem naprezanja može se javiti pri neznatnoj deformaciji. To se događa kod krhkih materijala. Materijali koji su više viskozni i plastični razaraju se nakon jače deformacije. Krhki materijali pod djelovanjem sile razaraju se bez prijelaza u stanje elastične deformacije i radi toga se čvrstoća krhkih materijala određuje jednom veličinom. Plastični materijali prije razaranja, pod djelovanjem sile, u pravilu prelaze u stanje plastične deformacije. Radi toga se u izučavanju tih materijala služi dvjema veličinama: prijelaznom od elastičnog stanja ka plastičnom i od plastičnog stanja ka razaranja. Elastičnost je svojstvo materijala da se pod djelovanjem vanjske sile oblik materijala mijenja, a prestankom djelovanja tlaka materijal se ponovno vraća u prvobitno stanje, zauzima prvobitni oblik. Svaki materijal ima određenu granicu elastičnosti. Ako se opterećenje postepeno povećava javlja se ostatna deformacija tj. javlja se takvo stanje pri kojemu tijelo ne može zauzeti prijašnji oblik. Granica elastičnosti određenog materijala karakterizirana je minimalnim opterećenjem koje je sposobno izazvati ostatnu deformaciju. Stanje elastičnosti materijala objašnjava se silom molekularnog spajanja. Zamor materijala je svojstvo materijala da pod djelovanjem cikličkog opterećenja dolazi do razaranja. Razaranja materijala od zamora naziva se granicom zamora, ali ga se ne razmatra u vezi sa čvrstoćom materijala.

Čvrstoća može biti značajno viša od razarajućeg rastezanja od zamora. Polimerizacija utječe na zamor akrilatnih smola. Djelovanje malih mnogokratnih sila dovodi do narušavanja strukture materijala na mjestu pregiba. U specifikaciji akrilatnih smola uobičajeno se za testiranje otpornosti materijala koristi samo čvrstoća materijala na savijanje.²

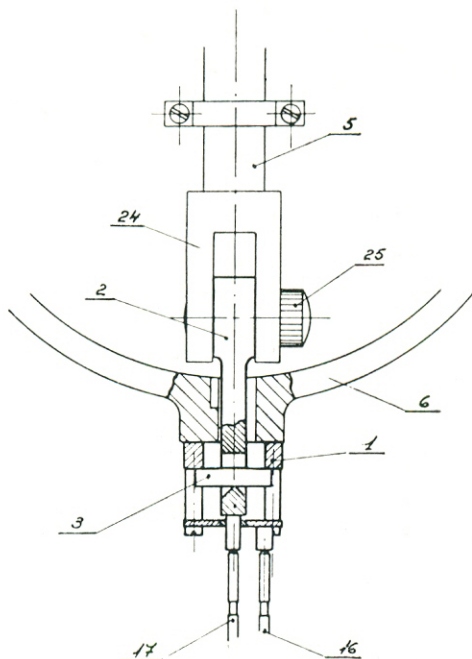
Na proteze djeluju različite sile opterećenja. Ispitivanje različitih mehaničkih svojstava akrilata vršili su mnogi istraživači^{3,4,5,6}, Djelovanje opterećenja na mobilne proteze na različite su načine ispitali Craig i Farah⁷, Splicingard⁸, Matthews i Wain⁹ te Regli i Gastil¹⁰.

Otpornost akrilatnih smola na mehaničko opterećenje bitno se razlikuje ovisno od sastava određenog materijala i tehnološkog postupka polimerizacije. Ako je stupanj polimerizacije polimera niži manja će biti čvrstoća. Iz toga slijedi da je ciklus vezivanja topopolimerizirajućih akrilatnih smola najvažniji činilac za dobivanje kvalitetnih akrilnih polimerizata. Cilj ovoga istraživanja bio je utvrditi kako različiti postupci polimerizacije utječu na mehaničko svojstvo čvrstoće na savijanje. To je zanimljivo obzirom na česte lomove mobilnih proteza. Ispitivanjem i poboljšavanjem kvalitete akrilata za baze proteza smanjio bi se postotak lomova, što ima ne samo medicinsko nego također i ekonomsko značenje.

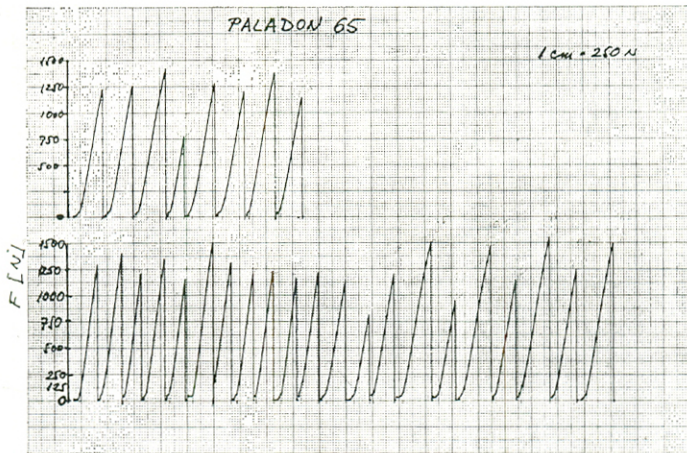
MATERIJAL I METODE

Ovo istraživanje provedeno je pri Zavodu za mobilnu protetiku Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu u suradnji sa Istraživačkim odjelom i Računskim centrom Železarne Jesenice.

Ispitivanje je vršeno na aparaturi S.A.D.A.M.E.L. (LA CHAUX DE-FONDS) (TYP MG-EMC, koja je univerzalna aparatura za testiranje sa mehaničkim pisačem. Radi veće preciznosti mjerenja na aparaturu je, preko pojačivača HBM, priključen pisači HEWLETT-PACKARD (7035 B X-Y RECORDER). Univerzalna aparatura i pisač se pri testiranju istovremeno uključuje. Brzina pomaka nastavka za testiranje na aparaturi mora uvijek biti ista (0.07 mm/sec). Pisač horizontalnim pomakom od 2 mm/sec registrira otpor materijala.



Slika 1. Shema dijela aparature za ispitivanje čvrstoće na savijanje



Slika 2. Paladon 65 – ispitivanje čvrstoće na savijanje nakon trećeg – sporijeg postupka polimerizacije

jala na različita opterećenja. S obzirom na razne uzorke, odnosno na potrebu ispitivanja različitih mehaničkih svojstava materijala, na aparaturu se mogu montirati različiti nastavci. Za testiranje otpornosti akrilata na savijanje u aparaturu se postavlja posebni nastavak (Sl. 1). Uzorak ispitivanja postavi se u ležište, osnovna aparatura i pisac se uključe, i registrira se savijanje uzorka od loma.

Postupak izrade uzoraka izveden je na temperaturi $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, što odgovara ISO specifikaciji broj 1567 British Standard Institution. Za testiranje otpornosti na savijanje izrađeni su uzorci dugački 37 mm (-2 mm), a u profilu 12×10 mm ($12-2$ mm \times $10-2$). Za ispitivanje su korištena tri toplopolimerizirajuća akrilata za baze proteza: Paladon 65,* Superacry special** i Biocry R***. U pripremi uzoraka postupilo se po uputama proizvođača, a ako toga nije bilo postupilo se po općim principima pripreme (polimerizacije) akrilata.

U uputama za Paladon 65 monomer se ulije u keramičku posudicu i polako se zasićuje polimerom. Točan volumetrijski omjer nije dan i radi toga je upotrebljen omjer 3 : 1. Iza miješanja posudica se drži pokrivena 60 minuta.

Za SUPRACRYL SPECIAL u uputama nije navedeno vrijeme od početka miješanja polimera i monomera do formiranja akrilatnog tijesta, niti je dan težinski omjer polimera i monomera. Korišten je omjer 3 : 1, koji je u literaturi preporučen¹¹. Od miješanja polimera i monomera do formiranja akrilatnog tijesta zadovoljavajuće konzistencije čekalo se 30 minuta.

* KULZER Co GmbH, Division Dental D-6393 Wehrheim/Ts

** SPOFA-DENTAL, Chemapol, Praha

*** RO-GALENIKA-LEKOVI, OOUR Fabrika parafarmaceutike, Zemun

U uputama za Biocryl R dat je točan težinski omjer polimera i monomera (2 : 1). Od početka miješanja monomera i polimera do stavljanja akrilatnog tijesta u kalup proteklo je 30 minuta. Nakon punjenja kivetu akrilatnim tijestom vršeno je polaganu tlačenje do 607950 Pa (6 atm). Polimerizacija je vršena u vodenoj kupelji na električnom kuhalu, a temperatura je kontrolirana živinim termometrom. Uzorci su pripremani na tri različita tehnološka postupka polimerizacije.

U prvom postupku (Postupak 1) kiveta je stavljena u kipuću vodu kroz 30 minuta nakon čega je vađena i stavljena u hladnu vodu. Drugi postupak polimerizacije (Postupak 2) počinje stavljanjem kivetu u vodu sobne temperature nakon čega se temperatura dizala u vremenu od 30 minuta do 373°K (100°C). Na toj temperaturi kiveta je držana daljnjih 30 minuta, a zatim je stavljena u vodu sobne temperature.

U trećem postupku (Postupak 3) polimerizacije kiveta je uronjena u vodu sobne temperature. U vremenu od 30 minuta temperatura vode povišena je na 343°K (70°C) i na toj temperaturi vršena je polimerizacija u trajanju od 30 minuta. U istoj vodi kiveta je ostavljena do potpunog hlađenja.

Svi su uzorci posebno pripremljeni (dorađeni) tokarskim strojem. S obzirom da su uzorci za ispitivanje na savijanje izrađeni u svakoj dimenziji 2 mm veći završna obrada tokarskim strojem osigurala je potpunu preciznost i istu veličinu svih uzoraka, što omogućuje uspoređivanje dobivenih rezultata.

Čvrstoća na savijanje je čvrstoća kojom se štap opire kada se djelovanjem sile savija. Otpornost štapa prema savijanju ovisi o obliku njegova presjeka¹. Uzorak je u aparatu sa dvije strane fiksiran na udaljenosti od 30 mm. Pomično pero vrši pritisak u sredini ispitivanog uzorka, koji se polako savija. Na milimetarskom papiru 1 cm odgovara 250 Newtona. Na Sl. 2 prikazan je karakterističan crtež otpornosti akrilatnih uzoraka na savijanje, koji u ovom slučaju predstavlja rezultat dobiven za Paladon 65 pri trećem postupku polimerizacije. Najviša točka krivulje predstavlja silu pri kojoj je došlo do loma uzorka. Za ovo ispitivanje interesantnije je uspoređivati kut (α) loma uzorka. Dvije fiksne točke uzorka udaljene su 30 mm. Pomično pero je točno u sredini, dakle 15 mm udaljeno od fiksnih točaka. Kut loma izračunava se pomoću formule:

$$\operatorname{tg} \frac{\alpha}{2} = \frac{15}{X}$$

Dobivena brojčana vrijednost pretvorena je u tangens i dobiveno je:

$$\frac{\alpha}{2}$$

Dobiveni kut pomnoži se sa dva i dobije se kut (α), koji predstavlja kut loma ispitivanog uzorka. U osnovnoj formuli Y označuje pomak uzorka od horizontale i taj se pomak dobije iz formule:

$$X = 2 \times 0.07 \times 1 - [0.00019 \times F (N)]$$

Broj dva označuje brzinu pomicanja pisača, a taj je 2 mm/sec. Brzina pomicanja potisnog pera univerzalnog test stroja je 0.70 mm/sec.

Ako se sa najviše točke krivulje povuče okomita crta na horizontalnu os i izmjeri udaljenost od te točke do početka krivulje na horizontalnoj osi dobije se vrijednost za »1«. Taj pomak ne bi bio potpuno točan ako se ne bi uvažilo minimalno savijanje držača uzorka, odnosno pomak od horizontale je za toliko manji. To savijanje je određeno konstantom otpornosti držača, koje je 0.00019 pomnoženo sa silom (F) pri kojoj se uzorak lomi. Što je dobiven ikut loma manji to je ispitivani materijal otporniji na savijanje.

Dobiveni rezultati ispitivanja statistički su obrađeni. Izračunate su vrijednosti aritmetičkih sredina i standardna devijacija. Provjera dobivenih rezultata izvršena je pomoću Student (T) testa i Snedecor (F) testa. Razlike u dobivenim rezultatima testiranja smatrane su značajnim ako je vjerojatnost bila manja od 1% ($p < 0.01$). Na osnovi aritmetičkih sredina izračunati Student (T) test pokazuje da li postoji statistički značajna razlika među dobivenim vrijednostima za čvrstoću na savijanje, nakon tri provedena postupka polimerizacije. Snedecor test uspoređuje standardne devijacije dobivenih rezultata, a na osnovi njegovih vrijednosti može se 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 ukupnom broju od 268 uzoraka. Za ispitivanje akrilata PALADON 65 korišteno je 88 uzoraka. Tablica 1. sadrži dobivene osnovne statističke vrijednosti. Rezultat Student testa (T):

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

Tablica 1

Br. mjerenja	Aritm. sredina	St. devijacija
30	176,09	1,46
29	175,35	1,75
29	173,48	1,65
T-test	2	3
1	1,76	6,43
2		4,18
F-test	2	3
1	1,48*	1,31*
2		1,12

Na osnovi dobivene vrijednosti Student testa može se tvrditi da kod akrilata Paladon 65 ne postoji razlika u dobivenim vrijednostima za čvrstoću na savijanje nakon prvog i drugog tehnološkog postupka polimerizacije. Vrijednost aritmetičke sredine najviša je kod uzoraka dobivenih trećim postupkom polimerizacije. Rezultati snedecor testa (F) ($1 \approx 2 \approx 3$) pokazuju da nije bilo značajnog rasapa rezultata. Može se zaključiti da je najviša vrijednost za čvrstoću na savijanje za akrilat Paladon 65 dobivena trećim – produženim postupkom polimerizacije.

Tablica 2. sadrži osnovne statističke vrijednosti testiranja otpornosti na savijanje za akrilatnu smolu Superacryl special. Ispitano je 90 uzoraka. Rezultat Student (T) testa:

Tablica 2

	Br. mjerenja	Aritm. sredina	St. devijacija
	30	173,47	1,82
	30	171,88	2,02
	30	171,91	2,00
T-test		2	3
1		3,18	3,17
2			—,04
F-test		2	3
1		1,26*	1,20*
2			1,04

Tablica 3

	Br. mjerenja	Aritm. sredina	St. devijacija
	30	171,56	1,62
	30	172,02	1,45
	30	171,53	1,25
T-test		2	3
1		—1,14	,08
2			1,40
F-test		2	3
1		1,25	1,68
2			1,33

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

Na osnovi izračunatog Student testa može se tvrditi da između drugog i trećeg postupka polimerizacije ne postoji razlika, a najniže vrijednosti za otpornost na savijanje za akrilat Superacryl special dobivene su za uzorke polimerizirane prvim – najkraćim postupkom polimerizacije. Rezultat Snedecor testa (F): $1 \approx 2 \approx 3$ potvrđuje rezultate Student testa tj. na savijanje su najotporniji uzorci izrađeni drugim i trećim postupkom polimerizacije.

Čvrstoća na savijanje za Biocryl-R ispitivana je na 90 uzoraka. Rezultat Student (T) testa ($1 \approx 2 \approx 3$) omogućuje zaključak da što se otpornosti na savijanje tiče kod akrilata Biocryl-R ne postoji razlika među uzorcima dobivenim pri tri provedena postupka polimerizacije. Rezultat Snedecor (F) testa ($1 \approx 2 \approx 3$) potvrđuje da nije bilo značajnog rasapa rezultata. To omogućuje zaključak da ne postoji statistički značajna razlika u dobivenim vrijednostima za čvrstoću na savijanje za akrilat Biocryl-R pri tri provedena postupka polimerizacije.

ZAKLJUČCI

Na osnovi dobivenih rezultata ovoga istraživanja može se tvrditi da ispitivani materijali pokazuju različite osobine s obzirom na tehnološke postupke polimerizacije. Dobiveni rezultati testiranja akrilatne smole Paladon 65 pokazuju da treći – najduži postupak polimerizacije daje materijal najotporniji na savijanje (aritmetička sredina 173,48^o).

Najviše vrijednosti čvrstoće na savijanje za Supercryl special dobivene su nakon drugog i trećeg postupka polimerizacije uzoraka, dakle duljih postupaka polimerizacije (171.88^o i 171.91^o).

Za akrilat Biocryl-R pri sva tri postupka polimerizacije dobivene su iste vrijednosti za čvrstoću na savijanje (171.55^o, 172.02^o i 171,53^o). To je neočekivani rezultat, koji pokazuje da je to materijal koji je nezahtijevan što se postupka polimerizacije tiče. Rezultati ispitivanja ukazali su na postupak polimerizacije koji za određeni akrilat za baze proteza daje polimerizat najotporniji na savijanje. To svakako ima veliku praktičnu vrijednost, iako rezultati ovoga istraživanja ništa ne govore o biološkoj podnošljivosti i drugim mehaničkim osobinama ispitivanih akrilatnih smola.

Literatura

1. HORVAT, O.: Mala mehanička tehnologija, Tehnička knjiga, Zagreb, 1965.
2. PAFFENBARGER, G. C., RUPP, N. W.: Research techniques used in evaluating dental materials, J.A.D. A., Vol. 86, 643–651, March 1973.
3. SEDEJ, R., ZATEŽIĆ, D.: Tvrdota baznih materijalov in granulacija biserov polimetakrilatov, Zob V, 34(3), 75–77, 1979.
4. KLAPISZ, J., BURDAIRON, G., SE-NOUSSI, J. C.: Etude mecanique de cinq resines thermopolymerisables couramment utilisées en prothese dentaire, Actualités dentaires, 109–113, Masson, Paris, New York, Barcelone, Milan, 1978.
5. KUSY, R. P., TURNER, D. T.: Fractography of twophase acrylic polymers, J. Dent. Res., 53 (3), 520–529, May–June, 1974.
6. GAZAFI, B.: Ispitivanje mehaničkih svojstava polimeriziranih akrilatnih masa, Magistarski rad, Zagreb, 1984.
7. CRAIG, R. G., FARAH, J. W.: Threedimensional photoelastic stress analysis of maxillary complete dentures, J. Prosth. Dent., 31 (2), 122–129, 1974.
8. SCHREIBER, C. K.: The clinical application of carbon fiber/polymer denture bases, Brit. Dent. J., 137 (1), 21–22, Jul 1974.
9. SPLINGARD, R. P.: Polymerisation des plaques bases dans un premier temps prothetique prealable au montage, Rvue d'odontostomatologie, 6 (2), 111–114, Mar.-Apr. 1977.
10. MATTHEWS, E., WAIN, E. A.: Stress in denture bases, Brit. dent. J., 100, 167–171, 1956.
11. REGLI, C. P., GASKILL, H. L.: Denture base deformation during function, J Prosth Dent., 4, 548–554, 1954.
12. SKINNER, E., PHILLIPS, R.: The science of dental materials, 6th ed. Saunders Co., Philadelphia–London, 1967.

TESTING OF FLEXURAL STRENGTH OF HEAT-CURING DENTURE BASE ACRYLIC RESINS

Summary

Through knowledge of the chemical and mechanical properties of acrylic substances used for removable prostheses is of a great practical importance in the technology of their production. The resistance of acrylic resins to mechanical forces varies significantly depending on their composition and the polymerization technology used in their production. Several heat-curing acrylic resins have been tested to establish the dependence of their flexural strengths on the technology of polymerization used in their production. The tests were performed using a S.A.D.A.M.E.L., TYP MG-EMC apparatus. The test samples had been produced using three different polymerization processes: the short, medium duration and long process. A total of 268 acrylic resin samples (Paladon 65, Superacryl special and Biocryl-R) have been tested. The highest flexural strength values for Paladon 65 (171.48⁰) were obtained with samples produced by the longest polymerization procedure. The flexural strengths of Superacryl Special samples obtained by medium duration and long polymerization were very similar (171.88⁰ and 171.91⁰, respectively). No statistically significant differences could be demonstrated among the flexural strengths of Biocryl-R samples produced by short, medium duration and long polymerization (171.56⁰, 172.02⁰ and 171.53⁰, respectively), which finding indicates that this material is the least dependent on the duration of the polymerization process.

Key words: acrylic resins, flexural strength