



بررسی تأثیر ترموسایکلینگ بر خواص مکانیکی نانوکامپوزیت دندان

عاطفه کریمزاده^۱، مجیدرضا آیت‌اللهی^{۲*}

۱- دانشجوی دکتری، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

۲- استاد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

* صندوق پستی ۱۶۸۴۶، m.ayat@iust.ac.ir

چکیده- در این تحقیق تأثیر فرایند ترموسایکلینگ بر خواص مکانیکی نانوکامپوزیت دندان فیلتک زی ۳۵۰ توسط آزمایش دندان‌گذاری نانو بررسی شده است. به این منظور تعدادی نمونه دیسکی شکل به قطر ۱۰ میلی‌متر و ضخامت ۴ میلی‌متر از این نانوکامپوزیت ساخته شد. سپس نمونه‌های ساخته شده به دو گروه تقسیم شدند؛ نیمی از نمونه‌ها در دمای محیط نگهداری شده و نیمی دیگر تحت ۱۰۰۰ سیکل عملیات ترموسایکلینگ در آب مقطر بین ۵ و ۵۵ درجه سانتی‌گراد قرار گرفتند. پس از آماده‌سازی نمونه‌ها آزمایش دندان‌گذاری نانو توسط دستگاه تریبوسکوپ روی نمونه‌های هر دو گروه انجام شد و مدول الاستیسیته و سختی نمونه‌ها با استفاده از داده‌های بدست آمده از آزمایش دندان‌گذاری نانو و نیز روش البور-فار بدست آمد. با استفاده از آزمون تی خواص مکانیکی بدست آمده برای نمونه‌های ترموسایکلینگ نشده و نمونه‌هایی که تحت عملیات ترموسایکلینگ قرار گرفتند مقایسه شد. نتایج نشان می‌دهند که فرایند ترموسایکلینگ موجب افزایش مدول الاستیسیته و نیز افزایش سختی نانوکامپوزیت دندان می‌شود.

کلیدواژگان: نانوکامپوزیت دندان، فرایند ترموسایکلینگ، آزمایش دندان‌گذاری نانو، سختی، مدول الاستیسیته.

Assessment of thermocycling effect on mechanical properties of dental nano-composite

A. Karimzadeh¹, M.R. Ayatollahi^{2*}

1- PhD. student, School of Mech. Eng., Iran Univ. of Science and Tech., Tehran, Iran

2- Prof., School of Mech. Eng., Iran Univ. of Science and Tech., Tehran, Iran

* P. O. B. 16846 Tehran, Iran. m.ayat@iust.ac.ir

Abstract- In this study the effect of thermocycling on the mechanical properties of a commercial dental nano-composite (Filtek Z350 XT, 3M ESPE, Germany) was investigated by using the nano-indentation experiment. For this purpose some disk specimens, each of the diameter 10 mm and the thickness 4 mm were prepared. Half of the specimens were stored at room temperature and the other half were thermocycled in distilled water for 1000 cycles between temperatures 5°C and 55°C. After the sample preparation, the nano-indentation test was applied on both non-thermocycled and thermocycled specimens by Triboscope setup. Then the modulus of elasticity and hardness of the test samples were calculated from the Oliver-Pharr's method using the data obtained from the nano-indentation experiments. Using the independent-samples t-test, the mechanical properties obtained from the non-thermocycled and thermocycled samples were compared. The results indicate that thermocycling process increases the modulus of elasticity and hardness of the dental nano-composite.

Keywords: Dental Nano-Composite, Thermocycling, Nano-Indentation, Hardness, Elasticity Modulus.

۱- مقدمه

مواد ترمیم کننده دندان برای ترمیم خواص بیولوژیکی، عملکردی و زیبایی دندان استفاده می‌شوند. آمالگام و آلیاژهای طلای دندانی، بیش از ۱۰۰ سال به عنوان مواد ترمیم کننده دندان به خصوص در دندانهای خلفی استفاده می‌شدند و از نظر کلینیکی دارای موفقیت‌های زیادی بودند، زیرا خواص مکانیکی این مواد از جهات زیادی شبیه خواص مکانیکی دندانهای واقعی می‌باشد [۲،۱]. ایرادی که در مورد این مواد فلزی وجود دارد این است که هم‌رنگ دندان نبوده و لذا از نظر زیبایی برای ترمیم دندانها مناسب نمی‌باشند. به همین دلیل ۴۰ سال پیش کامپوزیت‌های دندانی به عنوان مواد ترمیم کننده هم‌رنگ دندان معرفی شدند. کامپوزیت‌های دندانی از زمینه رزینی، فیلرهایی^۱ با ابعاد و اندازه‌های مختلف و یک ماده ترکیب کننده تشکیل شده‌اند. با وجود اینکه از زمان معرفی ترمیم کننده‌های کامپوزیتی دندان پیشرفت‌های زیادی در مورد خواص آنها صورت گرفته اما تغییر زیادی در سیستم‌های مونومر تشکیل دهنده این مواد ایجاد نشده است. در سیر تکاملی مواد کامپوزیتی تغییرات اساسی در فیلرهای آنها ایجاد شد [۴،۳] و منجر به معرفی انواع مواد ترمیم کننده کامپوزیتی گردید که عبارتند از: کامپوزیت‌های میکروفیلد^۲، کامپوزیت‌های میکرو فیلد^۳، کامپوزیت‌های هیبرید^۴، کامپوزیت‌های میکروهیبرید^۵ و نانو کامپوزیت‌ها^۶. تحقیقات انجام شده در زمینه کامپوزیت‌های دندانی نشان می‌دهند که میزان استحکام، مدول الاستیسیته، مقاومت در برابر سایش و چروک شدگی در اثر پلیمریزاسیون^۷ این کامپوزیت‌ها رابطه مستقیم با میزان فیلر موجود در آنها دارد [۹-۵] در حالی که اندازه ذرات فیلر روی قابلیت پرداخت این مواد تأثیرگذار می‌باشد [۱۲-۱۰].

نانوکامپوزیت‌های دندانی گونه‌ی نسبتاً جدیدی از کامپوزیت‌ها می‌باشند که از فیلرهایی با ذراتی در ابعاد نانومتری (بین ۲۰ تا ۷۵ نانومتر) ساخته شده‌اند [۱۱]. هدف از استفاده از فیلرهایی با ابعاد نانومتری در این نانوکامپوزیت‌ها افزایش

استحکام، مقاومت در برابر سایش و قابلیت پرداخت آنها می‌باشد. مواد مورد استفاده برای ترمیم دندانها باید استحکام کافی داشته باشند تا بتوانند در برابر نیروهای اعمال شده هنگام جویدن مقاومت کنند و به میزان کافی روی بخش برجای مانده‌ی دندان باقی بمانند.

شرایط دهانی بیمار مانند تغییرات دمایی و رطوبت می‌تواند تأثیر منفی بر خواص مکانیکی و فیزیکی مواد ترمیمی داشته باشد. مهمترین دلایل برای جایگزینی ماده ترمیمی دندانها، شکست ناحیه ترمیم شده و یا کرم‌خوردگی ثانویه می‌باشد [۱]. ترموسایکلینگ یک فرایند آزمایشگاهی است که در آن شرایط دمایی مشابه شرایطی که در دهان انسان وجود دارد شبیه‌سازی می‌شود تا تنش‌های حرارتی که در دندان و مواد دندانی در طول درمان بیمار ایجاد می‌شود، در نمونه آزمایشگاهی نیز بوجود آید و شرایط آزمایش به شرایط واقعی و کلینیکی نزدیک‌تر شود. در فرایند ترموسایکلینگ نمونه‌ها به دفعات مشخص و در زمان‌های از پیش تعیین شده در داخل آب مقطر گرم و سرد در دماهایی مشابه دماهایی که در دهان بیمار ممکن است ایجاد شود، قرار داده می‌شوند. در طول فرایند ترموسایکلینگ تغییرات دمایی و جذب آب توسط مواد دندانی مورد استفاده موجب تغییر خواص این مواد می‌گردد. در تحقیقات انجام شده قبلی نشان داده شده است که ترموسایکلینگ موجب افزایش نرخ ساییدگی و تخریب سطحی کامپوزیت‌ها می‌شود و نیز شوک حرارتی ایجاد شده بین اجزای تشکیل دهنده کامپوزیت در اثر این فرایند موجب ایجاد میکروترک‌هایی در آن می‌شود [۱۳-۱۵]. بنابراین بررسی خواص مکانیکی مواد دندانی که تحت فرایند ترموسایکلینگ در محیط مرطوب قرار گرفته‌اند دارای اهمیت می‌باشد.

آزمایش دندان‌گذاری نانو روش مناسبی برای بدست آوردن خواص مکانیکی قطعاتی با ابعاد کوچک و نیز خواص سطحی پوشش‌ها می‌باشد. برای بدست آوردن خواص مکانیکی مواد دندانی توسط آزمایش‌های مکانیکی رایج، نیاز به ساخت نمونه‌هایی با ابعاد نسبتاً بزرگ می‌باشد که منجر به استفاده از حجم زیادی از مواد و در نتیجه افزایش هزینه‌های مربوط به آزمایش می‌شود. از سوی دیگر تعیین خواص مکانیکی سطحی و یا نزدیک به سطح قطعات با استفاده از آزمایش‌های متداول در مقیاس ماکرو و یا میکرو به سادگی امکان‌پذیر نیست.

1. Filler
2. Macrofilled Composites
3. Microfilled Composites
4. Hybrid Composites and Nano-Composites
5. Microhybrid Composites
6. Nano-Composites
7. Polymerization Shrinkage

ثانیه در نظر گرفته شد [۱۸]. طبق تحقیقات انجام شده توسط براون و همکارانش، ۱۰ سیکل عملیات ترموسایکلینگ روی نمونه، معادل یک روز قرار گرفتن آن در شرایط دهانی است [۱۹]؛ بنابراین ۱۰۰۰ سیکل عملیات ترموسایکلینگ انجام شده در این تحقیق معادل این است که نمونه‌ها به مدت ۱۰۰ روز در داخل دهان بیمار قرار گیرند.

در تحقیقات انجام شده قبلی در مورد آزمایش دندان‌گذاری نانو نشان داده شده است که وجود زبری زیاد در سطح نمونه موجب پراکندگی مقادیر سختی و مدول الاستیسیته بدست آمده از این آزمایش خواهد شد [۲۰-۲۲]. استاندارد ایزو ۱۴۵۷۷ که مربوط به آزمایش دندان‌گذاری نانو می‌باشد، هشدار داده است که صافی سطح نمونه تأثیر مهمی در نتایج این آزمایش خواهد داشت [۲۳]. برای تعیین میزان صافی قابل قبول سطح نمونه برای انجام آزمایش دندان‌گذاری نانو، استاندارد ایزو ۱۴۵۷۷ مرجعی را معرفی می‌کند که بر اساس آن بیشترین عمق نفوذ دندان‌گذار در نمونه (h_{max}) باید بیشتر از ۲۰ برابر زبری میانگین سطح نمونه (R_a) باشد ($h_{max} > 20R_a$) [۲۴]. در این تحقیق به منظور ایجاد صافی مناسب در سطح نمونه‌ها برای انجام آزمایش دندان‌گذاری نانو، نمونه‌ها توسط سنباده‌هایی با گریت ۴۰۰ تا ۲۵۰۰ ساییده شدند و سپس با استفاده از خمیر الماس^۲ با مش‌های ۱ میکرون و ۰/۵ میکرون پولیش زده شدند تا سطح آنها صاف و صیقلی شود. میزان زبری میانگین سطح نمونه‌ها با استفاده از تصاویر AFM گرفته شده از سطح نمونه و انجام آنالیز زبری روی این تصاویر توسط نرم‌افزار نانوسکوپ^۳ بدست آورده شد. شکل ۱ نمونه‌ای از تصویر AFM گرفته شده از سطح نمونه قبل از انجام آزمایش دندان‌گذاری نانو و نتایج آنالیز زبری روی آنرا نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل ۱ مشاهده می‌شود میزان زبری میانگین (R_a) این نمونه برابر با ۶/۲۳۸ نانومتر می‌باشد. مقادیر زبری میانگین همه نمونه‌ها با استفاده از روش شرح داده شده بدست آمد و بیشترین مقدار زبری میانگین در بین همه نمونه‌ها برابر با ۱۰/۷۹۸ نانومتر بدست آمد. به این ترتیب، براساس بیشترین مقدار زبری میانگین بدست آمده از نمونه‌ها و معیار معرفی شده توسط استاندارد ایزو ۱۴۵۷۷ ($h_{max} > 20R_a$) [۲۴]، می‌توان نتیجه گرفت که اگر عمق نفوذ دندان‌گذار در

در این مقاله خواص مکانیکی یک نوع نانوکامپوزیت دندان توسط آزمایش دندان‌گذاری نانو بدست آورده شده است؛ همچنین تأثیر فرایند ترموسایکلینگ بر خواص مکانیکی نانوکامپوزیت دندان بررسی شده است.

۲- ساخت نمونه

در این تحقیق از نانوکامپوزیت دندان فیلتک زی ۳۵۰ استفاده شده است. این نانوکامپوزیت از فیلر سیلیکا با ابعاد ۲۰ نانومتر، فیلر زیرکونیا با ابعاد ۴-۱۱ نانومتر و فیلر اتصال دهنده سیلیکا/زیرکونیا تشکیل شده است. زمینه نانوکامپوزیت فیلتک زی ۳۵۰ شامل رزین‌های bis-GMA، UDMA، PEGDMA، TEGDMA و bis-EMA می‌باشد. نمونه‌هایی دیسکی شکل به قطر ۱۰ میلی‌متر و ضخامت ۴ میلی‌متر از این نانوکامپوزیت ساخته شد و بر اساس دستورالعمل شرکت سازنده نانوکامپوزیت، هر دو طرف نمونه‌ها به مدت ۲۰ ثانیه لایت کیور شد تا فرایند پلیمریزاسیون در آنها انجام شود. تحلیل‌های ابعادی انجام شده در مورد نمونه مورد استفاده در آزمایش دندان‌گذاری نشان می‌دهد که برای یک ماده همگن نتایج آزمایش دندان‌گذاری به هیچ یک از ابعاد نمونه به جز عمق آن وابسته نیست [۱۶، ۱۷]. با مقایسه ابعاد ذرات مورد استفاده در این تحقیق و ابعاد دندان‌گذار که در قسمت بعدی در مورد آن توضیح داده خواهد شد می‌توان نتیجه گرفت نمونه مورد استفاده در این تحقیق برای انجام آزمایش دندان‌گذاری نانو، همگن می‌باشد. ابعاد نمونه آزمایشگاهی با توجه به اندازه محل قرار دادن نمونه در دستگاه آزمایش دندان‌گذاری نانو تعیین شد.

به منظور بررسی تأثیر ترموسایکلینگ بر خواص مکانیکی نانوکامپوزیت دندان، نمونه‌های ساخته شده از نانوکامپوزیت به دو دسته تقسیم شدند؛ نیمی از آنها در محیط آزمایشگاه در دمای ۲۴°C نگهداری شده و نیمی دیگر تحت عملیات ترموسایکلینگ قرار گرفتند. بر اساس نتایج بدست آمده از تحقیق انجام شده توسط گیل و دارول، ۱۰۰۰ سیکل ترموسایکلینگ در آب مقطر بین دو دمای ۵ و ۵۵ درجه سانتی‌گراد روی نیمی از نمونه‌های نانوکامپوزیتی ساخته شده انجام شد و زمان توقف در هر یک از محیط‌های گرم و سرد ۵۰

2. Diamond Paste
3. Nanoscope ® II

1. Filtek Z350 XT (3M ESPE, Germany)

و فیلم‌های نازک با ضخامت بیشتر از ۱۰۰ نانومتر استفاده می‌شود. قبل از انجام آزمایش‌ها دستگاه بر اساس استاندارد ایزو ۱۴۵۷۷ و روش الیور-فار کالیبره شد [۲۵، ۲۶]. در این تحقیق برای بدست آوردن نتایج آزمایش‌ها نیز از روش الیور-فار استفاده شده است [۲۶].

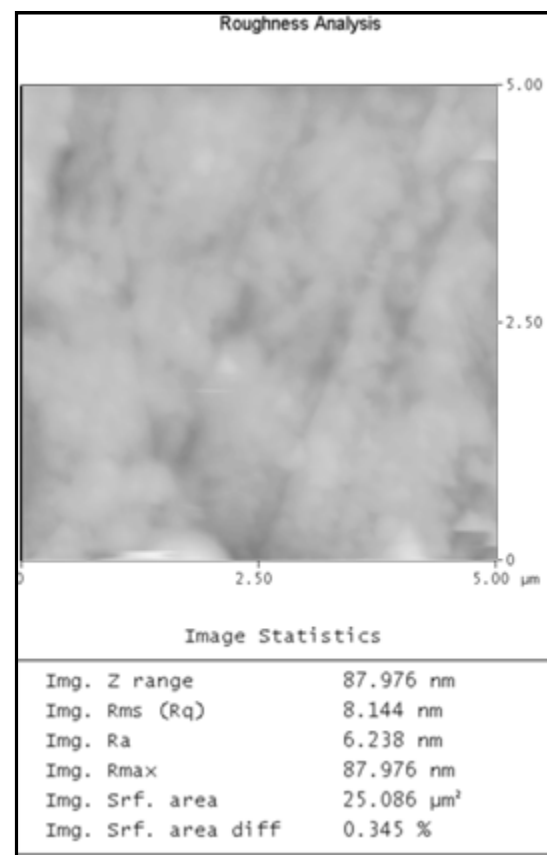
آزمایش دندان‌گذاری نانو روشی است که با آن می‌توان خواص مکانیکی مواد، از جمله سختی، مدول الاستیسیته، چقرمگی شکست و غیره را تعیین کرد. در آزمایش دندان‌گذاری نانو با اعمال بار مشخص با نرخ ثابت در سطح نمونه، طی یک سیکل کامل بارگذاری و باربرداری حفره‌ای کوچک با ابعاد نانومتری توسط نوک دندان‌گذار ایجاد می‌شود. در این آزمایش در مرحله بارگذاری نوک دندان‌گذار در محل از پیش تعیین شده روی سطح نمونه با اعمال یک بار عمودی واز پیش تعیین شده فرو می‌رود. زمانی که بار به مقدار بیشینه خود رسید مرحله باربرداری آغاز می‌شود که در آن بار نرمال کاهش می‌یابد تا اینکه آرمیدگی^۵ به صورت جزئی یا کامل روی دهد.

در این تحقیق بار عمودی اعمال شده از سوی دندان‌گذار به نمونه ۷۵۰ میکرونیوتن و با نرخ ثابت $15 \mu\text{Ns}^{-1}$ در نظر گرفته شد. در تحقیقات قبلی [۲۸، ۲۷] نشان داده شده است که عمق نفوذ دندان‌گذار بر خواص مکانیکی بدست آمده از آزمایش دندان‌گذاری نانو مؤثر است و از عمق ۲۰۰ نانومتر به بعد خواص مکانیکی بدست آمده تقریباً ثابت خواهد شد. همچنین دندان‌گذار باید به میزان کافی در نمونه نفوذ کند تا اثرات سطحی نمونه بر نتایج آزمایش به حداقل برسد. از سوی دیگر، عمق نفوذ دندان‌گذار در نمونه باید کمتر از ۱۰٪ ضخامت نمونه باشد در غیر این صورت به دلیل تأثیر خواص سطحی که در زیر نمونه قرار گرفته است، مقادیر اندازه‌گیری شده بیشتر از مقدار واقعی خود خواهد شد [۲۹]. بنابراین در این آزمایش بیشترین عمق نفوذ دندان‌گذار در نمونه ۲۵۰ نانومتر در نظر گرفته شد. لازم به ذکر است عمق مورد نظر (۲۵۰ نانومتر) در محدوده عمق محاسبه شده بر اساس زبری میانگین بدست آمده در قسمت قبل می‌باشد.

در تحلیل نتایج آزمایش دندان‌گذاری نانو بر اساس روش الیور-فار، در مرحله باربرداری رفتار ماده کاملاً الاستیک فرض می‌شود [۲۶]. از آنجا که پلیمرها دارای رفتار ویسکوز هستند

نمونه بیشتر از ۲۱۵/۹۶ نانومتر باشد، زبری باقی‌مانده در سطح نمونه‌ها تأثیری در نتایج بدست آمده از آزمایش دندان‌گذاری نانو نخواهد داشت.

پس از اینکه صافی سطح نمونه‌ها به میزان قابل قبول برای انجام آزمایش دندان‌گذاری نانو رسید، همه نمونه‌ها به مدت یک ساعت در دمای محیط (۲۴ درجه سانتی‌گراد) نگهداری شدند و آزمایش دندان‌گذاری نانو روی آنها انجام شد.



شکل ۱ تصویر AFM گرفته شده از سطح نمونه قبل از انجام آزمایش دندان‌گذاری نانو و نتایج آنالیز زبری

۳- آزمایش دندان‌گذاری نانو

آزمایش دندان‌گذاری نانو^۱ با استفاده از دستگاه تریبوسکوپ^۲ و دندان‌گذار برکویچ^۳ انجام شد. دندان‌گذار برکویچ دارای شعاع انحنايي حدود ۱۵۰ نانومتر است که معمولاً برای مواد حجمی^۴

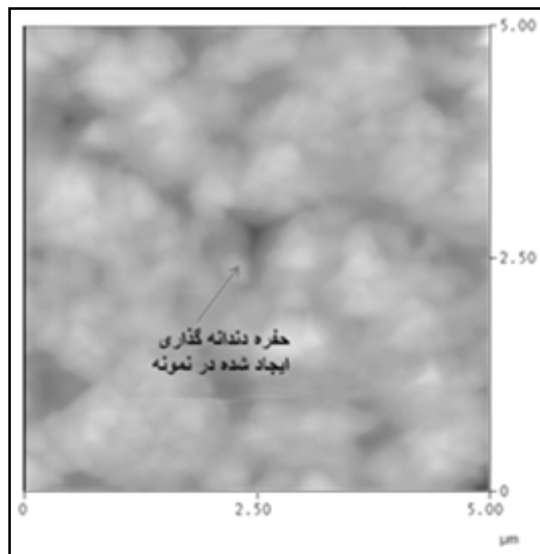
1. Nano-Indentation
2. Triboscope System (Hysitron Inc., USA)
3. Berkovich
4. Bulk

با استفاده از مدول الاستیسیته مؤثر و نیز رابطه (۱) می‌توان مدول الاستیسیته ماده را محاسبه کرد [۲۶].

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1-v^2}{E} - \frac{1-v_i^2}{E_i} \quad (۱)$$

در رابطه فوق، E و v به ترتیب مدول الاستیسیته و ضریب پواسون نمونه‌ها، E_i و v_i به ترتیب مدول الاستیسیته و ضریب پواسون دندانگذار می‌باشد و E_{eff} مدول الاستیسیته مؤثر ماده است که از آزمایش دندانگذاری نانو بدست می‌آید.

تصاویر AFM گرفته شده از کلیه دندانگذاری‌های انجام شده بررسی و مدول الاستیسیته نمونه‌ها با استفاده از رابطه (۱) و با در نظر گرفتن $v=0/31$ [۳۲]، $E_i=1140$ GPa و $v_i=0/07$ محاسبه شد. مقادیر مربوط به E_i و v_i از روی مشخصات مربوط به دستگاه تریبوسکوپ مورد استفاده در این تحقیق استخراج شده است. شکل ۳ تصویر AFM گرفته شده از حفره دندانگذاری ایجاد شده در سطح یکی از نمونه‌ها را نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل ۳ ملاحظه می‌شود، در اطراف حفره دندانگذاری هیچ ترکی ایجاد نشده است. ایجاد ترک در اطراف حفره دندانگذاری موجب می‌شود نتایج مدول الاستیسیته و سختی بدست آمده از آزمایش دندانگذاری نانو قابل اطمینان نباشند زیرا در این صورت بخش زیادی از نیروی اعمال شده به دندانگذار به جای اینکه صرف ایجاد تغییر شکل در ماده شود برای شکل‌گیری و رشد ترک مصرف می‌شود [۲۶].



شکل ۳ تصویر AFM گرفته شده از حفره دندانگذاری ایجاد شده در سطح یکی از نمونه‌ها

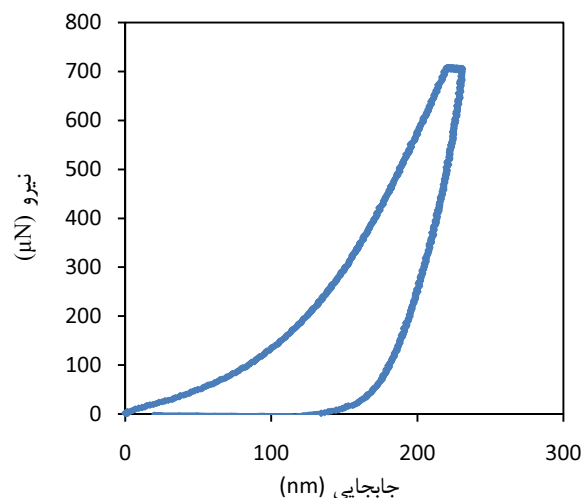
این فرض موجب ایجاد خطا در تعیین خواص مکانیکی آنها می‌شود. لذا برای کاهش خطا در نتایج بدست آمده در مواد دارای رفتار ویسکوز معمولاً دندانگذار را در عمق نفوذ بیشینه و قبل از شروع مرحله بار برداری، برای مدت زمان مشخصی نگه می‌دارند [۳۱، ۳۰]. در تحقیق حاضر به منظور کاهش خطای ناشی از رفتار ویسکوز مواد، زمان توقف دندانگذار در عمق بیشینه ۱۰ ثانیه در نظر گرفته شده است. روی هر نمونه ۵ بار آزمایش دندانگذاری نانو در ۵ منطقه مختلف که به صورت تصادفی انتخاب شده، با روش شرح داده شده در دمای 24°C انجام شد. به منظور تحلیل نتایج، قبل و بعد از دندانگذاری از ناحیه دندانگذاری شده تصاویر AFM گرفته شد.

۴- نتایج

۴-۱- مدول الاستیسیته

براساس داده‌های بار-جابجایی بدست آمده از یک سیکل کامل بارگذاری و باربرداری در آزمایش دندانگذاری نانو و نیز روابط الیور-فار می‌توان مدول الاستیسیته ماده را محاسبه کرد. شکل ۲ منحنی نیرو بر حسب جابجایی را که حاصل یکی از آزمایش‌های دندانگذاری نانو می‌باشد، نشان می‌دهد.

پس از اتمام یک سیکل کامل بارگذاری و باربرداری در آزمایش دندانگذاری نانو، نرم‌افزار متصل به دستگاه آزمایش مدول الاستیسیته مؤثر ماده E_{eff} را براساس روابط الیور-فارو با دقت زیادی محاسبه می‌کند.



شکل ۲ نمودار بار-جابجایی بدست آمده از آزمایش دندانگذاری نانو

مقادیر میانگین سختی بدست آمده برای نمونه‌ها و نیز انحراف معیار آن در جدول ۱ آورده شده است.

۵- بحث بر روی نتایج

نتایج بدست آمده از آزمایش دندانگذاری نانو در این تحقیق نشان می‌دهد مدول الاستیسیته نمونه‌هایی که در معرض ۱۰۰۰ سیکل عملیات ترموسایکلینگ قرار گرفته‌اند نسبت به نمونه‌هایی که تحت عملیات ترموسایکلینگ قرار نگرفته‌اند افزایش یافته است؛ مقایسه نتایج مدول الاستیسیته بدست آمده در جدول ۱ بین نمونه‌های دو گروه بر اساس آزمون تی نشان می‌دهد که $1/08 \text{ GPa}$ اختلاف میان مقدار مدول الاستیسیته نمونه‌های نانوکامپوزیتی ترموسایکلینگ نشده و آنهایی که تحت عملیات ترموسایکلینگ قرار گرفته‌اند از نظر آماری معنی‌دار می‌باشد ($0/01 = \text{فاکتور پی}$). این نتیجه نشان می‌دهد ۱۰۰۰ سیکل ترموسایکلینگ در آب مقطر موجب افزایش سفتی نانو کامپوزیت فیلک زی ۳۵۰ شده است.

همان‌طور که در جدول ۱ مشاهده می‌شود میزان سختی نمونه‌هایی که ترموسایکلینگ نشده‌اند نسبت به نمونه‌هایی که ترموسایکلینگ شده‌اند افزایش یافته است. مقایسه نتایج سختی بدست آمده در جدول ۱ بین نمونه‌های دو گروه ترموسایکلینگ نشده و ترموسایکلینگ شده بر اساس آزمون تی نشان می‌دهد که مقدار $0/23 \text{ GPa}$ اختلاف میان مقدار سختی نمونه‌های این دو گروه از نظر آماری معنی‌دار است ($0/001 = \text{فاکتور پی}$). لذا می‌توان نتیجه گرفت که انجام ۱۰۰۰ سیکل ترموسایکلینگ در آب مقطر روی نانوکامپوزیت فیلک زی ۳۵۰ موجب افزایش سختی آن شده است.

به نظر می‌رسد دو عامل می‌تواند روی خواص مکانیکی نمونه‌هایی که عملیات ترموسایکلینگ روی آنها انجام شده نسبت به نمونه‌هایی که در محیط خشک و در دمای محیط قرار گرفته‌اند تأثیر بگذارد. این دو عامل عبارتند از:

- ۱- تأثیر رطوبت بر ساختار نانوکامپوزیت.
- ۲- تنش‌های حرارتی ایجاد شده بین اجزای ساختاری نانوکامپوزیت در اثر تغییرات درجه حرارت در فرایند ترموسایکلینگ.

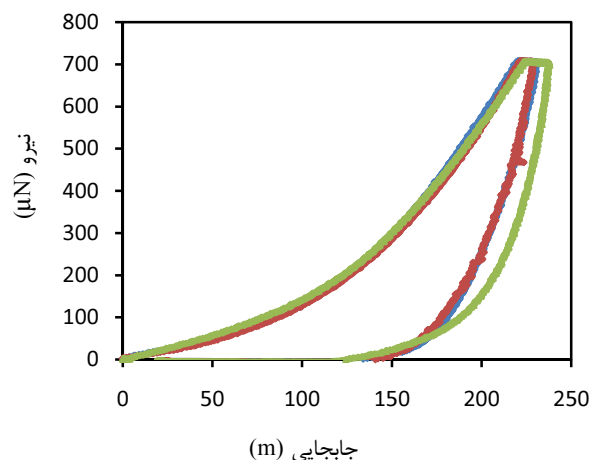
لذا همان‌طور که در ابتدای این قسمت نیز به آن اشاره شد، در این تحقیق سختی و مدول الاستیسیته نمونه‌ها در آزمایش‌هایی که در اطراف حفره دندانگذاری ترکی ایجاد نشده است، محاسبه گردید. مقدار میانگین مدول الاستیسیته بدست آمده برای نمونه‌ها و نیز انحراف معیار آن در جدول ۱ آورده شده است. لازم به ذکر است بررسی نمودار نیرو بر حسب جابجایی بدست آمده از آزمایش‌های دندانگذاری نانو در هر نمونه، انطباق و تکرارپذیری خوبی را برای این آزمایش روی نمونه‌های نانوکامپوزیتی مورد استفاده نشان می‌دهد (شکل ۴).

۴-۲- سختی

سختی یک ماده بیانگر میزان مقاومت ماده در برابر تغییر شکل ایجاد شده در سطح آن در اثر اعمال بار خارجی است. این خاصیت از تقسیم بار نرمال اعمال شده بر مساحت تصویر شده سطحی که بار بر آن اعمال می‌شود بدست می‌آید. سختی یا سختی نرمال از جمله خاصیت‌های مکانیکی است که می‌توان از آزمایش دندانگذاری نانو بدست آورد. سختی نرمال در آزمایش دندانگذاری نانو از رابطه (۲) قابل محاسبه است [۳۳].

$$H_n = \frac{F_N}{A} \quad (2)$$

در این رابطه، F_N ماکزیمم بار نرمال اعمال شده به قطعه و A مساحت تصویر شده باقی‌مانده حفره دندانگذاری در آزمایش دندانگذاری نانو می‌باشد. برای بدست آوردن F_N و A در رابطه (۲) از نمودار نیرو-جابجایی بدست آمده از آزمایش دندانگذاری نانو و روش الیور-فار استفاده شده است [۲۶].



شکل ۴ انطباق نمودارهای بار- جابجایی بدست آمده از آزمایش دندانگذاری نانو

جدول ۱ نتایج بدست آمده از آزمایش دندان‌گذاری نانوروی نمونه‌های

نانوکامپوزیت دندانی		
نمونه	مدول الاستیسیت (GPa)	سختی (GPa)
نانوکامپوزیت ترموسایکلینگ نشده	10.99 ± 0.41	0.38 ± 0.01
نانوکامپوزیت ترموسایکلینگ شده	12.07 ± 0.15	0.61 ± 0.01

تأثیر منفی آب روی نانوکامپوزیت‌ها را با دو مکانیزم مختلف می‌توان توضیح داد. مکانیزم اول نقش مولکول‌های آب در تغییر رفتار ماده از حالت الاستیک به پلاستیک می‌باشد که موجب افزایش حجم زمینه (ماتریس) نانوکامپوزیت می‌شود که در اثر این مکانیزم سفتی ماده کاهش می‌یابد. مکانیزم دوم شسته شدن (حل شدن) اجزای کامپوزیت در آب است.

تحقیقات انجام شده قبلی نشان می‌دهد که نگهداری کامپوزیت‌ها و نانو کامپوزیت‌های ترمیمی در محیط مرطوب بسته به دما و مدت زمان نگهداری نمونه در آب، تأثیرات متفاوتی روی خواص مکانیکی آنها از جمله مدول الاستیسیت می‌گذارد. در برخی از تحقیقات انجام شده قبلی [۳۵،۳۴]، ذخیره‌سازی نمونه‌های کامپوزیت دندانی در آب برای مدت زمان مشخص و در دمای معین موجب افزایش مدول الاستیسیت و در برخی دیگر [۳۶] موجب کاهش مدول الاستیسیت آنها شده است؛ مواردی هم گزارش شده [۳۸،۳۷] که نگهداری نمونه‌های کامپوزیت دندانی در محیط مربوط تأثیری روی مدول الاستیسیت آنها نداشته است.

بررسی نتیجه بدست آمده از این تحقیق و نتایج تحقیقات قبلی [۳۸-۳۴] نشان می‌دهد که تأثیر آب بر خواص مکانیکی مواد دندانی از یک قاعده و قانون کلی تبعیت نمی‌کند و به نوع ماده و شرایط نگهداری آن وابسته است.

بر اساس نتایج بدست آمده از این تحقیق می‌توان نتیجه گرفت که فیلرهای موجود در نانوکامپوزیت فیلتک زی ۳۵۰ تأثیر عمده‌ای در مقدار مدول الاستیسیت و سختی آن دارد چرا که حتی نرم‌تر شدن ماتریس (زمینه) نانوکامپوزیت در اثر نفوذ آب در آن، تأثیری در کاهش سفتی و سختی این نانوکامپوزیت نداشته است.

همان‌طور که گفته شد، تنش‌های حرارتی ایجاد شده بین

اجزای سازنده نانوکامپوزیت در اثر عملیات ترموسایکلینگ عامل دیگری است که بر خواص مکانیکی نمونه‌ها تأثیر می‌گذارد. مقادیر مدول الاستیسیت و سختی بدست آمده از این تحقیق نشان می‌دهد که تنش‌های حرارتی به صورتی است که موجب افزایش سفتی و سختی نمونه‌ها شده است. جاندا و همکارانش [۳۸] نشان دادند که ترموسایکلینگ در محیط آبی روی مدول خمشی کامپوزیت‌های ترمیمی اثرات متفاوتی می‌گذارد؛ آنها نشان دادند فرایند ترموسایکلینگ در برخی کامپوزیت‌های ترمیمی موجب کاهش مدول خمشی آنها می‌شود و در برخی دیگر از کامپوزیت‌ها ترموسایکلینگ تأثیری روی مدول خمشی آنها ندارد. مدینا تیرادو و همکارانش [۳۹] نشان دادند که ترموسایکلینگ تأثیر منفی روی سختی برخی از کامپوزیت‌های دندانی دارد. این درحالی است که در هیچ یک از تحقیقات قبلی اثر ترموسایکلینگ روی نانوکامپوزیت‌های ترمیمی بررسی نشده است و بر اساس نتایج تحقیق حاضر می‌توان گفت ۱۰۰۰ سیکل ترموسایکلینگ که معادل با ۱۰۰ روز باقی ماندن ترمیم در دهان می‌باشد [۱۸]، موجب افزایش مدول الاستیسیت و سختی نانوکامپوزیت دندانی می‌شود.

مدول الاستیسیت نانوکامپوزیت ترمیمی بررسی شده در این تحقیق قبل و بعد از ترموسایکلینگ به مدول الاستیسیت عاج دندان^۱ (۸/۷ الی ۱۱/۲ GPa) [۴۰] بسیار نزدیک است؛ این مسأله از نظر کلینیکی بسیار مهم است زیرا در صورتی که مدول الاستیسیت ماده ترمیمی کمتر از مدول الاستیسیت دندان باشد، ماده ترمیمی در برابر تنش‌های اعمال شده در شرایط کاری بیشتر از بستر دندانی موجود در اطراف آن تغییر شکل می‌یابد که ممکن است منجر به ایجاد آسیب در بستر دندانی اطراف ماده ترمیمی شده و یا ممکن است ماده ترمیمی از سطح دندان جدا شود.

۶- نتیجه‌گیری

در این تحقیق مدول الاستیسیت و سختی یک نوع نانوکامپوزیت دندانی با استفاده از آزمایش دندان‌گذاری بدست آمد. همچنین تأثیر ۱۰۰۰ سیکل ترموسایکلینگ در آب مقطر روی این نانوکامپوزیت مورد بررسی شد. نتایج این تحقیق به شرح زیر می‌باشند:

- Application of Nanotechnology in Advanced Dental Materials”, *Journal of the American Dental Association*, Vol. 134, 2003, pp. 1382-1390.
- [12] Yap A. U., Lye K. W., and Sau C. W., “Surface Characteristics of Tooth-Colored Restoratives Polished Utilizing Different Polishing Systems”, *Operative Dentistry*, Vol. 22, 1997, pp. 260-265.
- [13] Dhuru V. B. and Lloyd C. H., “The Fracture Toughness of Repaired Composite”, *J. Oral Rehabil*, Vol. 13, 1986, pp. 413-421.
- [14] Montes-G G. M. and Draughn R. A., “In Vitro Surface Degradation of Composites by Water and Thermal Cycling”, *Dent Mater*, Vol. 2, 1986, pp. 193-197.
- [15] Mair L. H., “Surface Permeability and Degradation of Dental Composites Resulting From Oral Temperature Changes”, *Dent Mater*, Vol. 5, 1989, pp. 247-255.
- [16] Cheng Y.-T. and Cheng C.-M., “Scaling, Dimensional Analysis, and Indentation Measurements”, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, Vol. 44, 2004, pp. 91-149.
- [17] Borodich F. M., Keer L. M., and Korach C. S., “Analytical Study of Fundamental Nanoindentation Test Relations for Indenters of Non-Ideal Shapes”, *Nanotechnology*, Vol. 14, 2003, pp. 803-808.
- [18] Gale M. S. and Darvell B. W., “Thermal Cycling Procedures for Laboratory Testing of Dental Restorations”, *Journal of Dentistry*, Vol. 27, 1999, pp. 89-99.
- [19] Brown W. S., Jacobs H. R., and R.E. T., “Thermal Fatigue in Teeth”, *J. Dent Res*, Vol. 51, 1972, pp. 461-467.
- [20] Bobji M. S. and Biswas S. K., “Deconvolution of Hardness From Data Obtained from Nanoindentation of Rough Surfaces”, *J. Mater. Res.*, Vol. 14, 1999, pp. 2259-2268.
- [21] Kim J. U., Lee J. J., Lee Y. H., Jang J., and Kown D., “Surface Roughness Effect in Instrumented Indentation: A Simple Contact Depth Model and Its Verification”, *J. Mater. Res.*, Vol. 21, 2006, pp. 2975-2978.
- [22] Donnelly E., Baker S. P., Boskey A. L., and Meulen M. C. H. v. d., “Effects of Surface Roughness and Maximum Load on the Mechanical Properties of Cancellous Bone Measured by Nanoindentation”, *J. Biomed. Mater. Res.*, Vol. 77, 2006, pp. 426-435.
- [23] ISO-14577-1, “Metallic Materials-Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials Parameters”, in *Part 1: Test Method*, ed. Switzerland: Geneva, 2002.
- [24] Grau P., Ullner C. h., and Behncke H. H., “Uncertainty of Depth Sensing Hardness”, *Materialprüfung*, Vol. 39, 1997, pp. 362-367.
- ۱- مدول الاستیسیته نانوکامپوزیت فیلتک زی ۳۵۰ در محدوده مدول الاستیسیته عاج دندان می‌باشد.
- ۲- ترموسایکلینگ موجب افزایش مدول الاستیسیته نانوکامپوزیت فیلتک زی ۳۵۰ می‌شود؛ این افزایش به‌گونه‌ای است که مدول الاستیسیته نانو کامپوزیت نزدیک به مدول الاستیسیته عاج دندان باقی می‌ماند.
- ۳- ترموسایکلینگ موجب افزایش سختی نانوکامپوزیت فیلتک زی ۳۵۰ می‌شود.
- ### ۷- مراجع
- [1] Forss H. and Widstrom E., “Reasons for Restorative Therapy and the Longevity of Restorations in Adults”, *Acta Odontol Scand*, Vol. 62, 2004, pp. 82-86.
- [2] Mjör I. A., Jokstad A., and Qvist V., “Longevity of Posterior Restorations”, *International Dental Journal*, Vol. 40, 1990, pp. 11-17.
- [3] Peutzfeldt A., “Resin Composites in Dentistry: The Monomer Systems”, *European Journal of Oral Science*, Vol. 105, 1997, pp. 97-116.
- [4] Walker R. and Burgess J. O., “Comparing Resin-Based Composites Compendium of Continuing”, *Education in Dentistry*, Vol. 25, 2004, pp. 424-428.
- [5] Chung K. H. and Greener E. H., “Correlation Between Degree of Conversion, Filler Concentration and Mechanical Properties of Posterior Composite Resins”, *Journal of Oral Rehabilitation*, Vol. 17, 1990, pp. 487-494.
- [6] Kim K. H., Ong J. L., and Okuno O., “The Effect of Filler Loading and Morphology on the Mechanical Properties of Contemporary Composites”, *Journal of Prosthetic Dentistry*, Vol. 87, 2002, pp. 642-649.
- [7] Li Y., Swartz M., Phillips R., Moore B., and Roberts T., “Effect of Filler Content and Size on Properties of Composites”, *Journal of Dental Research*, Vol. 64, 1985, pp. 1396-1401.
- [8] Venhoven B. A., Gee A. J. d., Werner A., and Davidson C. L., “Influence of Filler Parameters on the Mechanical Coherence of Dental Restorative Resin Composites”, *Biomaterials* Vol. 17, 1996, pp. 735-740.
- [9] Zhao X. Y., “The Polymerization Shrinkage of Light Cure Composite Resin”, *Chinese Journal of Stomatology*, Vol. 26, 1991, pp. 167-192.
- [10] Lu H., Roeder L. B., and Powers J. M., “Effect of Polishing Systems on the Surface Roughness of Microhybrid Composites”, *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, Vol. 15, 2003, pp. 295-303.
- [11] Mitra S. B., Wu D., and Holmes B. N., “An

- [33] Briscoe B. J., Evans P. D., Biswas S. K., and Sinha S. K., "The Hardness of Poly (Methylmethacrylate)", *Tribology International*, Vol. 29, 1996, pp. 93-104.
- [34] Gladys S., Meerbeek B. V., Braem M., Lambrechts P., and Vanherle G., "Comparative Physico-Mechanical Characterization of New Hybrid Restorative Materials with Conventional Glass-Ionomer and Resin Composite Restorative Materials", *J. Dent Res*, Vol. 76, 1997, pp. 883-394.
- [35] Sabbagh J., Vreven J., and Leloup G., "Dynamic and Static Moduli of Elasticity of Resin-Based Materials", *Dent Mater*, Vol. 18, 2002, pp. 64-71.
- [36] Papadogiannis D. Y., Lakes R. S., Papadogiannis D. Y., Palaghias G., and Helvatjoglou-Antoniades M., "The Effect of Temperature on the Viscoelastic Properties of Nano-Hybrid Composites", *Dent Mater*, Vol. 24, 2008, pp. 257-266.
- [37] Chung S., Yap A., Tsai K., and Yap F., "Elastic Modulus of Resin-Based Dental Restorative Materials: A Microindentation Approach", *J. Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater*, Vol. 72, 2005, pp. 246-253.
- [38] Janda R., Roulet J., Latta M., and ttermann S. R., "The Effects of Thermocycling on the Flexural Strength and Flexural Modulus of Modern Resin-Based Filling Materials", *Dent Mater*, Vol. 22, 2006, pp. 1103-1108.
- [39] Tirado J. I. M., Nagy W. W., Dhuru V. B., and Ziebert A. J., "The Effect of Thermocycling on the Fracture Toughness and Hardness of Core Buildup Materials" *J. Prosthet Dent*, Vol. 86, 2001, pp. 474-480.
- [40] Meredith N., Sherriff M., Setchell D. J., and Swanson S. A. V., "Measurement of the Microhardness and Young's Modulus of Human Enamel and Dentine using an Indentation Technique", *Archives of Oral Biology*, Vol. 41, 1996, pp. 539-545.
- [25] ISO-14577-1, "Metallic Materials-Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials Parameter", in *Part 2: Verification and calibration of testing machines- Part 3: Calibration of reference blocks*, ed. Switzerland: Geneva, 2002.
- [26] Oliver W. C. and Pharr G. M., "Measurement of Hardness and Elastic Modulus by Instrumented Indentation: Advances in Understanding and Refinements to Methodology", *J. Mater. Res.*, Vol. 19, 2004, pp. 3-20.
- [27] Hu Y., Shen L., Yang H., Wang M., Liu T., Liang T., and Zhang J., "Nanoindentation Studies on Nylon 11/clay Nanocomposites", *Polym. Test.*, Vol. 25, 2006, pp. 492-497.
- [28] Liu T. X., Phang I. Y., Shen L., Chow S. Y., and Zhang W.-D., "Morphology and Mechanical Properties of Multiwalled Carbon Nanotubes Reinforced Nylon-6 Composites", *Macromolecules*, Vol. 37, 2004, pp. 7214-7222.
- [29] Jee A. and Lee M., "Comparative Analysis on the Nanoindentation of Polymers using Atomic Force Microscopy", *Polymer Testing* Vol. 29, 2010, pp. 95-99.
- [30] Chudoba T. and Richter F., "Investigation of Creep Behaviour under Load During Indentation Experiments and Its Influence on Hardness and Modulus Results", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 148, 2001, pp. 191-198.
- [31] Ngan A. H. W., Wang H. T., Tang B., and Sze K. Y., "Correcting Power-Law Viscoelastic Effects in Elastic Modulus Measurement using Depth-Sensing Indentation", *International Journal of Solids and Structures*, Vol. 42, 2005, pp. 1831-1846.
- [32] Chung S. M., Yap A. U. J., Koh W. K., Tsai K. T., and T. L. C., "Measurement of Poisson's Ratio of Dental Composite Restorative Materials" *Biomaterials*, Vol. 25, 2004, pp. 2455-2460.