





دانشگاه صنعتی شاهرود

دانشکده مهندسی

شیمی و مواد

مهندسی مواد-گرایش مواد مرکب

پایان نامه کارشناسی ارشد

## بررسی خواص فشاری، ریزکشی و تأثیر عامل اتصال بر نانوکامپوزیت سیمان دندانی پانویا تقویت شده با نانوهیدروکسی آپاتیت

نگارنده:

هادی جمالی

استاد راهنما:

دکتر آرش یزدانی

استاد مشاور:

مهندس عباس فاضل انواری یزدی

بهمن ۱۳۹۶



مدیریت تحصیلات تکمیلی

باسمه تعالی

شماره: ۹۴, ۲۹۵  
تاریخ: ۹۴/۱۱/۲۸  
ویرایش:

فرم شماره ۷: صورت جلسه نهایی دفاع از پایان نامه دوره کارشناسی ارشد

با تأییدات خداوند متعال و با استعانت از حضرت ولی عصر (عج) ارزیابی جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد آقای هادی جمالی به شماره دانشجویی ۹۳۰۵۴۸۴ رشته مهندسی مواد گرایش مواد مرکب تحت عنوان بررسی خواص فشاری، ریزکشی و تاثیر عامل اتصال بر نانوکامپوزیت سیمان دندانی پاناولیا تقویت شده با نانوهیدروکسی آباتیت که در تاریخ ۹۶/۱۱/۱۱ با حضور هیأت محترم داوران در دانشگاه صنعتی شاهرود برگزار گردید به شرح ذیل اعلام می گردد:

|                                               |                                    |                                |
|-----------------------------------------------|------------------------------------|--------------------------------|
| قبول (با درجه: <u>بسیار خوب امتیاز ۱۵.۵</u> ) | <input type="checkbox"/> دفاع مجدد | <input type="checkbox"/> مردود |
| <input checked="" type="checkbox"/> عملی      | <input type="checkbox"/> نظری      |                                |

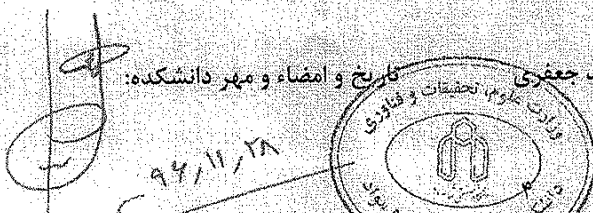
۲- بسیار خوب (۱۸-۱۸/۹۹)  
۴- قابل قبول (۱۴-۱۵/۹۹)

۱- عالی (۲۰-۱۹)  
۳- خوب (۱۶-۱۷/۹۹)  
۵- نمره کمتر از ۱۴ غیر قابل قبول

| عضو هیأت داوران                 | نام و نام خانوادگی          | مرتبه علمی | امضاء |
|---------------------------------|-----------------------------|------------|-------|
| ۱- استاد راهنمای اول            | دکتر آرش یزدانی             | استادیار   |       |
| ۲- استاد راهنمای دوم            | -                           | -          | -     |
| ۳- استاد مشاور                  | مهندس عباس فاضل انواری یزدی | مربی       | غایب  |
| ۴- نماینده شورای تحصیلات تکمیلی | دکتر اسماعیل سلیمی          | استادیار   |       |
| ۵- استاد ممتحن اول              | دکتر مجید محمدی             | استادیار   |       |
| ۶- استاد ممتحن دوم              | دکتر مصطفی حاجیان حیدری     | استادیار   |       |

نام و نام خانوادگی رئیس دانشکده: دکتر محمد جعفری

تاریخ و امضاء و مهر دانشکده:



## تقدیم‌نامه

تقدیم به پدر و مادر عزیزم

خدای را بسی شاکرم که از روی کرم، پدر و مادری فداکار نصیبم ساخته تا در سایه درخت پر بار وجودشان بیاسایم و از ریشه آن‌ها شاخ و برگ گیرم و از سایه وجودشان در راه کسب علم و دانش تلاش نمایم. والدینی که بودنشان تاج افتخاری است بر سرم و نامشان دلیلی است بر بودنم چرا که این دو وجود پس از پروردگار مایه هستی‌ام بوده‌اند دستم را گرفتند و راه رفتن را در این وادی زندگی پر از فراز و نشیب آموختند.

## سیاس‌گزاری

با سپاس بی‌کران به درگاه پروردگار جهان و درود فراوان به پژوهندگان راه علم و دانش، لازم میدانم از تلاش‌ها و راهنمایی‌های خردمندانه استاد راهنمای عزیزم جناب آقای دکتر آرش یزدانی که با صبر و دلسوزی تمام در رفع مشکلاتم من را یاری دادند و همواره با آرامش و لبخند به اینجانب امید بخشیدند و با ارائه نظرات ارزشمندشان در بررسی، تصحیح و ارتقاء کیفی پایان‌نامه کوشیدند نهایت قدردانی و تشکر خود را ابراز دارم. با تشکر از دکتر باقری و مهندس احسان ذهبی، مسئولین آزمایشگاه مواد دندان‌دانشکده دندانپزشکی دانشگاه فردوسی مشهد که در انجام آزمایش‌ها کمک و راهنمایی‌های فراوانی را به اینجانب نمودند. همچنین از مهندس عباس فاضل انواری یزدی استاد مشاور گرامی به خاطر راهنمایی‌ها و پیگیری‌هایشان سپاسگزارم و در آخر بر خود لازم می‌دارم از برادرانم و همه دوستانی که در انجام این پایان‌نامه به نحوی بنده را یاری نمودند، تشکر کرده و آن‌ها را نیز در این مهم سهیم می‌دانم و از خداوند متعال بهترین‌ها را برایشان آرزومندم.

## تعهدنامه

اینجانب هادی جمالی (۹۳۰۵۴۸۴) دانشجوی دوره روزانه کارشناسی ارشد رشته مهندسی مواد گرایش مواد مرکب دانشکده مهندسی مواد دانشگاه صنعتی شاهرود، نویسنده پایان نامه بررسی خواص فشاری، ریزکشی و تأثیر عامل اتصال بر نانوکامپوزیت سیمان دندانی پانویا تقویت شده با نانو هیدروکسی آپاتیت تحت راهنمایی دکتر آرش یزدانی، متعهد می‌شوم:

- تحقیقات در این پایان نامه توسط اینجانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است.
- در استفاده از نتایج پژوهش‌های محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است.
- مطالب مندرج در پایان نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است.
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می‌باشد و مقالات مستخرج با نام «دانشگاه صنعتی شاهرود» و یا «Shahrood University of Technology» به چاپ خواهد رسید.
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان نامه تأثیرگذار بوده‌اند در مقالات مستخرج از پایان نامه رعایت می‌گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که از موجود زنده (یا بافت‌های آن‌ها) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است، اصل رازداری، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است.

## تاریخ

## امضای دانشجو

### مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج، کتاب، برنامه‌های رایانه‌ای، نرم‌افزارها و تجهیزات ساخته شده است) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می‌باشد. این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود.
- استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی‌باشد.

## چکیده

سیمان رزینی Panavia F2.0 با پایه پلی متیل متاکریلات، به دلیل خواص فیزیکی و مکانیکی قابل مقایسه با سایر سیمان‌ها، پرکاربردترین سیمان مورد استفاده دندانپزشکی در حال حاضر است. استفاده از هیدروکسی آپاتیت در دندانپزشکی به دلیل مزایایی نظیر میزان رادیوپاسیته داخلی در حد سختی ایده آل مشابه دندان‌های طبیعی و نیز خواص سایشی بهبودیافته مورد توجه قرار گرفته است. این خواص مطلوب در کنار تردی و شکنندگی بالای این بایوسرامیک سبب شده تا محققان این ماده را در ترکیب با سایر مواد استفاده کنند تا نواقص آن تا حد ممکن حذف گردد. در این پژوهش سعی بر این شد تا از طریق کامپوزیت سازی سیمان رزینی مورد نظر با فاز تقویت کننده پودر نانو هیدروکسی آپاتیت خواص این سیمان بهبود یابد و همچنین از خواص زیست فعالی هیدروکسی آپاتیت در اختلاط با سیمان استفاده شود. همچنین در این پژوهش تأثیر پوشش اسید سیتریک بر روی پودر تقویت کننده مورد ارزیابی قرار گرفت و سه آزمون اندازه گیری استحکام فشاری، استحکام ریزکشی و ریزسختی بر روی نمونه‌ها انجام شد. نمونه‌ها در هر بخش از آزمون شامل چهار گروه با درصد وزنی‌های پودر تقویت کننده مختلف بودند. بالاترین استحکام فشاری مربوط به گروه تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با عامل اتصال اسید سیتریک با افزایش استحکام ۱۳۶/۷٪ نسبت به حالت سیمان پانایا خالص، و بالاترین استحکام ریزکشی مربوط به گروه تقویت شده با ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با عامل اتصال با افزایش استحکام ۴۱/۳٪ نسبت به حالت سیمان پانایا خالص بود. در تمامی گروه‌ها، نوع شکست از نوع ترد بود و تخلخل‌های ناشی از حبس شدن هوا در داخل سیمان که در حین اختلاط اجزای سیمان با یکدیگر به وجود آمده بود، در نمونه‌های مورد آزمایش وجود داشت.

**واژگان کلیدی:** سیمان دندان، سیمان رزینی پانایا، عملیات سطحی پودر هیدروکسی آپاتیت، اسید سیتریک، عامل اتصال، استحکام فشاری، استحکام ریزکشی، ریزسختی، کامپوزیت سازی، پیوند زمینه و پودر.

## فهرست عنوان‌ها

|                                                     |    |
|-----------------------------------------------------|----|
| فصل ۱ مقدمه و کلیات .....                           | ۱  |
| ۱-۱- خصوصیات مهم سیمان .....                        | ۲  |
| ۱-۱-۱- جذب آب .....                                 | ۳  |
| ۱-۱-۲- سازگاری زیستی .....                          | ۳  |
| ۱-۱-۳- چسبندگی .....                                | ۳  |
| ۱-۲- متغیرهای مؤثر بر سیمان .....                   | ۵  |
| ۱-۲-۱- زمان اختلاط .....                            | ۵  |
| ۱-۲-۲- رطوبت و جذب آب .....                         | ۵  |
| ۱-۲-۳- نسبت پودر به مایع .....                      | ۶  |
| ۱-۲-۴- دما و ضریب انبساط حرارتی .....               | ۶  |
| ۱-۳- اصطلاحات و تعاریف .....                        | ۷  |
| ۱-۳-۱- زمان کاری .....                              | ۷  |
| ۱-۳-۲- زمان سخت شدن .....                           | ۷  |
| ۱-۴- طبقه‌بندی سیمان‌ها بر اساس کاربرد .....        | ۷  |
| ۱-۴-۱- عوامل چسباننده .....                         | ۷  |
| ۱-۴-۲- سیمان دائم .....                             | ۸  |
| ۱-۴-۳- سیمان موقت .....                             | ۸  |
| ۱-۵- طبقه‌بندی سیمان‌ها بر اساس ترکیب شیمیایی ..... | ۹  |
| ۱-۵-۱- اکسید روی اوژنول .....                       | ۹  |
| ۱-۵-۱-۱- کاربرد سیمان‌های اکسید روی اوژنول .....    | ۱۰ |
| ۱-۵-۲- فسفات روی .....                              | ۱۰ |
| ۱-۵-۲-۱- کاربرد سیمان‌های فسفات روی .....           | ۱۱ |
| ۱-۵-۳- پلی‌کربوکسیلات روی .....                     | ۱۱ |
| ۱-۵-۳-۱- کاربرد سیمان‌های پلی‌کربوکسیلات روی .....  | ۱۲ |
| ۱-۵-۴- گلاس آینومر .....                            | ۱۳ |
| ۱-۵-۴-۱- کاربرد سیمان‌های گلاس آینومر .....         | ۱۴ |
| ۱-۵-۵- رزین کامپوزیتی .....                         | ۱۴ |
| ۱-۵-۵-۱- کاربرد سیمان‌های رزین کامپوزیتی .....      | ۱۵ |
| ۱-۶- هیدروکسی آپاتیت .....                          | ۱۶ |
| ۱-۷- تعریف مسئله .....                              | ۱۹ |



فصل ۲ مروری بر تحقیقات انجام شده ..... ۲۳

۲-۱- مطالعات انجام شده ..... ۲۵

فصل ۳ مواد و روش‌های تحقیق ..... ۳۷

۳-۱- مواد اولیه مورد استفاده ..... ۳۷

۳-۲- عملیات سطحی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت با اسید سیتریک ..... ۴۲

۳-۳- استحکام فشاری ..... ۴۴

۳-۳-۱- گروه اول نمونه‌های فشاری ..... ۴۴

۳-۳-۲- گروه دوم نمونه‌های فشاری ..... ۴۷

۳-۳-۳- گروه سوم نمونه‌های فشاری ..... ۴۸

۳-۴- استحکام ریزکشی ..... ۴۹

۳-۴-۱- گروه اول نمونه‌های ریزکشی ..... ۵۱

۳-۴-۲- گروه دوم نمونه‌های ریزکشی ..... ۵۳

۳-۴-۳- گروه سوم نمونه‌های ریزکشی ..... ۵۴

۳-۵- ریز سختی ..... ۵۵

۳-۶- محدودیت‌های حین انجام کار ..... ۵۶

فصل ۴ نتایج و بحث ..... ۵۷

۴-۱- نتایج ..... ۵۷

۴-۲- بحث ..... ۶۴

فصل ۵ نتیجه‌گیری و پیشنهادات ..... ۷۷

۵-۱- نتیجه‌گیری ..... ۷۷

۵-۲- پیشنهادات ..... ۸۰

منبع‌ها ..... ۸۱

## فهرست شکل‌ها

- شکل ۱-۱: عکس TEM مربوط به نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت ..... ۱۸
- شکل ۱-۲: نمودار نرخ سایش نمونه‌ها برای آزمون سایش در دو محیط بزاق مصنوعی و هوا ..... ۳۱
- شکل ۱-۳: نمودار استحکام برشی پیوند دندان انسان با سیمان‌های رزینی بعد از ۳۰۰۰ سیکل حرارتی ..... ۳۹
- شکل ۲-۳: عکس میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به نانو بلورهای هیدروکسی آپاتیت ..... ۴۰
- شکل ۳-۳: عکس مربوط به نمودار آنالیز XRD پودر نانو هیدروکسی آپاتیت ..... ۴۰
- شکل ۴-۳: پودر سانتریفیوژ شده بر روی پتری دیش ..... ۴۳
- شکل ۵-۳: برش قالب‌های پلاستیکی برای ساخت نمونه آزمون فشار ..... ۴۴
- شکل ۶-۳: طریقه آماده سازی سیمان توسط اسپاتول ..... ۴۵
- شکل ۷-۳: نوردهی و پلیمریزه کردن نمونه‌ها توسط گان نوری ..... ۴۵
- شکل ۸-۳: دستگاه Universal Testing Machine ..... ۴۶
- شکل ۹-۳: قالب‌های ساخته شده توسط پرینتر سه بعدی ..... ۵۰
- شکل ۱۰-۳: نمونه مانت شده پس از برش با کاتر ..... ۵۱
- شکل ۱۱-۳: نمونه آزمون کشش بسته شده روی دستگاه جهت بارگذاری ..... ۵۲
- شکل ۱۲-۳: دستگاه میکرو سختی سنج ..... ۵۵
- شکل ۱-۴: مقایسه استحکام میانگین بین سیمان پاناویا و کامپوزیت‌های تقویت شده آن در آزمون فشار ..... ۵۹
- شکل ۲-۴: نمودار تنش-کرنش نمونه‌های آزمون فشار ..... ۵۹
- شکل ۳-۴: نمودار فراوانی استحکام فشاری برای نمونه‌های هر گروه از آزمون ..... ۶۰
- شکل ۴-۴: مقایسه بین استحکام میانگین سیمان پاناویا و کامپوزیت‌های تقویت شده آن در آزمون ریزکشش ..... ۶۱

- شکل ۴-۵: نمودار تنش-کرنش نمونه‌های آزمون ریزکشی. ۶۲.....
- شکل ۴-۶: نمودار فراوانی استحکام کشت نهایی برای نمونه‌های هر گروه از آزمون. ۶۲.....
- شکل ۴-۷: نمودار مقایسه نتایج سختی ویکرز بین گروه‌های مورد آزمایش. ۶۳.....
- شکل ۴-۸: سطح شکست نمونه آزمون فشار سیمان پانایا خالص. ۶۶.....
- شکل ۴-۹: مسیر رشد ترک در نمونه آزمون فشار حاوی ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت. ۶۶.....
- شکل ۴-۱۰: سطح مقطع نمونه آزمون فشار حاوی ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده و مسیر رشد ترک. ۶۷.....
- شکل ۴-۱۱: سطح مقطع نمونه آزمون فشار حاوی ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده و مسیر رشد ترک. ۶۷.....
- شکل ۴-۱۲: سطح شکست نمونه آزمون ریزکشی حاوی ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت. ۶۸.....
- شکل ۴-۱۳: سطح شکست نمونه آزمون ریزکشی حاوی ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده. ۶۸.....
- شکل ۴-۱۴: تصویر SEM مربوط به: الف. نمونه ناظر (سیمان خالص) ب. سائز دهانه ترک نمونه حاوی ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده ج. نمونه حاوی ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت د. نمونه حاوی ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت با بزرگنمایی بیشتر. ۷۰.....
- شکل ۴-۱۵: تصویر SEM مربوط به: الف. نمونه حاوی ۲ درصد وزنی پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک ب. بزرگنمایی شکل الف بر روی یک ذره آگلومره شده پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده ج. نمونه حاوی ۱ درصد وزنی پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده و اتصال ذره با زمینه د. نمونه حاوی ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت و اتصال ضعیف با زمینه. ۷۱.....

شکل ۴-۱۶: الف. نتیجه آنالیز EDS بر روی ذره آگلومره شده پودر نانو هیدروکسی آپاتیت در نقطه مشخص شده در شکل ب. نتیجه آنالیز EDS با فاصله از ذره ذکر شده درون زمینه کامپوزیت در نقطه مشخص شده در شکل. .... ۷۲

شکل ۴-۱۷: الف. نتیجه آنالیز EDS بر روی ذره آگلومره شده پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک در نقطه مشخص شده در شکل ب. نتیجه آنالیز EDS با فاصله از ذره ذکر شده درون زمینه کامپوزیت در نقطه مشخص شده در شکل. .... ۷۳

شکل ۴-۱۸: مقایسه بیشینه سختی ویکرز نمونه‌های ساخته شده با کامپوزیت مشابه. .... ۷۴

## فهرست جدول‌ها

- جدول ۱-۱: برخی از خواص سیمان‌های دندانی ..... ۱۶
- جدول ۲-۱: مخفف، نام شیمیایی و ترکیب چند مونومر بکار رفته در ساخت سیمان‌های رزینی ..... ۱۹
- جدول ۱-۲: استحکام خمشی دو کامپوزیت با زمینه متفاوت تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت ..... ۲۶
- جدول ۲-۲: استحکام کشش قطری دو کامپوزیت با زمینه متفاوت تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت ..... ۲۶
- جدول ۳-۲: سختی ویکرز دو کامپوزیت با زمینه متفاوت تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت ..... ۲۷
- جدول ۴-۲: ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌های تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت ..... ۲۸
- جدول ۵-۲: نتایج آزمون فشار نمونه‌های کامپوزیتی تقویت شده با نانو هیدروکسی آپاتیت ..... ۳۰
- جدول ۶-۲: نتایج آزمون خمش سه نقطه‌ای نمونه‌های کامپوزیتی تقویت شده با نانو هیدروکسی آپاتیت ..... ۳۰
- جدول ۷-۲: مشخصات ۱۴ کامپوزیت آزمایشی ساخته شده ..... ۳۳
- جدول ۱-۳: مشخصات اجزاء سیمان Panavia F2.0 ..... ۳۷
- جدول ۲-۳: ترکیبات تشکیل دهنده دو جزء اصلی سیمان Panavia F2.0 ..... ۳۸
- جدول ۳-۳: استحکام برشی پیوند بین سیمان Panavia F2.0 با ساختار دندان و مواد ترمیمی ..... ۳۸
- جدول ۴-۳: خصوصیات پودر هیدروکسی آپاتیت ..... ۳۹
- جدول ۵-۳: خصوصیات مواد مورد استفاده به عنوان عامل اتصال ..... ۴۱
- جدول ۱-۴: نتایج آزمون فشار برای گروه‌های مورد آزمایش ..... ۵۸
- جدول ۲-۴: نتایج آزمون ریزش برای گروه‌های مورد آزمایش ..... ۶۱
- جدول ۳-۴: نتایج آزمون ریزش ویکرز برای نمونه‌ها ..... ۶۳

## فصل ۱ مقدمه و کلیات

برای سال‌ها دندانپزشکان وجود ترمیم را بر دندان و به‌خصوص پالپ مضر و سمی می‌دانستند. با این تصور پس از درمان، اثرات مخرب و حساسیت‌های ترمیم را بر دندان شاهد بودیم. بنابراین دندانپزشکان برای حذف این اثرات و حساسیت‌های پس از درمان نیازمند ماده‌ای بودند تا از تماس مستقیم بین، ترمیم و عاج دندان جلوگیری نماید. این تئوری در طی سال‌های زیاد اصلاح، و تغییر داده شده است [۱].

امروزه دندانپزشکان بر این عقیده‌اند که باکتری‌ها و محصولاتشان سبب اثرات مضر پس از درمان می‌شوند. باکتری‌ها در بزاق دهان حضور دارند و به داخل شکاف بین ترمیم و دندان نفوذ می‌کنند. این پدیده به‌عنوان ریزنشست<sup>۱</sup> شناخته شده و از طریق فرایند موئینگی رخ می‌دهد. بنابراین، ریزنشست عبارت است از نفوذ بزاق دهان و باکتری‌ها به فضاهای میکروسکوپی بین سطوح دندان و ماده ترمیمی [۲].

ریزنشت می‌تواند به دلایل تفاوت در انبساط حرارتی ماده ترمیمی و دندان، انقباض ناشی از سخت شدن، پرداخت ترمیم، موقعیت منشورهای مینایی، روش‌های کاربردی و شکل حفره ایجاد گردد. آسترها<sup>۲</sup>

---

<sup>۱</sup> microleakage

<sup>۲</sup> Liner

پایه‌ها<sup>۱</sup> و سیمان‌ها<sup>۲</sup> سه دسته کلی از انواع موادی هستند که دندانپزشکان برای غلبه بر عیوب گفته‌شده از آن‌ها استفاده می‌کنند [۳].

آستر، لایه نازکی از یک ماده است که روی سطوح آماده‌سازی شده دندان قرار داده‌شده، دندان را از مواد ترمیمی، مایعات داخل دهان و درنهایت محیط خارج محافظت می‌نماید. این مواد به‌طور معمول به دلیل ضخامت، سختی یا استحکام ناکافی، به‌تنهایی در حفرات عمیق استفاده نمی‌شوند [۳].

پایه، ماده‌ای است ضخیم‌تر از آستر که جهت جایگزینی عاج از دست‌رفته استفاده می‌شود. این ماده باید بلافاصله بعد از جایگذاری و سخت شدن اولیه قادر به تحمل نیروهای ناشی از فشرده‌سازی ماده ترمیمی باشد. این مواد در زیر ترمیم‌های دائم استفاده شده، باعث التیام پالپ آسیب‌دیده می‌گردند و همچنین از پالپ در برابر شوک‌های گالوانیک، حرارتی و مکانیکی محافظت می‌کنند [۳].

سیمان، عبارت از ماده‌ای است که جهت چسباندن یک ترمیم غیرمستقیم به دندان آماده‌سازی شده استفاده می‌گردد و ممکن است بعضی از خواص درمانی پایه و آسترها را نشان دهد [۳].

### ۱-۱- خصوصیات مهم سیمان

سیمان مناسب علاوه بر دارا بودن خصوصیات مناسبی مثل استحکام فشاری، کششی، برشی، سختی، سایش، ویسکوزیته، باید از خصوصیات ضریب انبساط حرارتی، جذب آب، زیست سازگاری و چسبندگی مناسبی نیز برخوردار باشد [۲].

---

<sup>۱</sup> Base

<sup>۲</sup> Cement

### ۱-۱-۱- جذب آب<sup>۱</sup>

نفوذ آب به داخل ساختار یک ماده را جذب آب گویند. جذب آب به وسیله پلیمرها ممکن است اثرات ناشی از انقباض سخت شدن یا حین ساخت را جبران نماید، اما درعین حال احتمال دارد اثرات مضرى چون تغییر رنگ را به همراه داشته باشد [۴].

### ۱-۱-۲- سازگاری زیستی<sup>۲</sup>

طبق تعریف، سازگاری زیستی به توانایی ماده جهت برانگیختن یک پاسخ حیاتی مناسب حین تماس با بدن گفته می‌شود. پاسخ‌های بدن نسبت به جسم خارجی ممکن است به صورت واکنش‌های سمی، التهابی، حساسیتی و سرطان‌زا تقسیم‌بندی شوند. پالپ دندان نسبت به پوسیدگی، تراش حفره یا در پاسخ به جایگذاری مواد، قابلیت عاج‌سازی دارد. این عاج جدید تحت عنوان عاج ترمیمی شناخته می‌شود. برخی مواد، این عاج‌سازی را تحریک نموده، درحالی که برخی از آن‌ها ممکن است برای پالپ مضر باشند [۲].

### ۱-۱-۳- چسبندگی<sup>۳</sup>

گیر هر ترمیم دندانی از طریق مکانیسم‌هایی چون ناهمواری‌های سطحی در دندان آماده‌سازی شده و یا ترمیم، فرورفتگی‌ها در تراش حفرات، طول تراش و یا اثر عوامل چسبنده<sup>۴</sup> تأمین می‌شود. عواملی که جهت شکل‌گیری لایه چسبنده استفاده می‌شوند تحت عنوان عوامل چسبنده شناخته می‌شوند که دو زیر لایه<sup>۵</sup> را به هم می‌چسبانند. مکانیسم پایه، برای تمام سیستم‌های چسبنده ترمیم‌های دندانی، مشابه

<sup>۱</sup> Water Sorption

<sup>۲</sup> Bio-compatibility

<sup>۳</sup> Adhesion

<sup>۴</sup> Luting

<sup>۵</sup> Substrate



می‌باشد. مواد معدنی توسط اسید از عاج و مینا برداشته می‌شود، سپس مونومرهای رزینی در فضاهای ایجادشده نفوذ کرده، پلیمریزه می‌شوند [۵].

شکست پیوند زمانی اتفاق می‌افتد که تشکیل ترک‌ها در طول سطح تماس، به رطوبت اجازه اشغال فضا را می‌دهد. این ترک‌ها باگذشت زمان رشد کرده، ممکن است به شکل‌گیری فاصله، پوسیدگی‌های راجعه، لبه‌های رنگ گرفته و از دست رفتن ترمیم منجر شوند [۶].

دستیابی به یک چسبندگی خوب، رویکردی حیاتی برای دندانپزشکان محسوب می‌شود. چسبندگی قوی‌تر شانس بیشتری جهت باقی ماندن ترمیم در دندان را به ارمغان می‌آورد. علاوه بر این، یک دندان با حداقل ساختار دندانی باقیمانده بعد از تراش، نیازمند استفاده از یک عامل چسباننده قوی جهت نگهداری ترمیم در محل می‌باشد. درنهایت، چسبندگی قوی مواد به دندان، ریزش را کاهش می‌دهد [۱].

در تعریف کلی سیمان می‌توان گفت: "یک ماده که چیزهای مختلف را به هم می‌چسباند." به‌طور مثال ذرات جاسازی‌شده مواد معدنی که یک بدنه چسبیده به هم را به وجود می‌آورد (ماسه و ذرات سنگ چسب موجود در بتن می‌باشد) [۷].

از سیمان دندانپزشکی استفاده‌های زیر صورت می‌گیرد [۲]:

۱. چسباندن، ثابت کردن (سفت‌کاری کردن)، اینله، تاج، پل<sup>۱</sup>، ونیرها بر روی دندان
۲. برای حفاظت پالپ از گرما (به‌عنوان عایق حرارتی) و از التهاب شیمیایی (به‌عنوان آستر و پایه)
۳. برای تحریک تشکیل عاج
۴. مواد پرکن موقت

سیمان‌های دندان درواقع یک طبقه‌بندی از مواد دندانی است که به‌طور مستمر در دندانپزشکی استفاده می‌شود. انجمن دندانپزشکی آمریکا و سازمان استانداردهای بین‌المللی<sup>۱</sup> تیمی را برای طبقه‌بندی سیمان‌های دندانپزشکی با توجه به خواص آن‌ها و کاربردهایشان در دندانپزشکی، شکل دادند و به‌موجب آن طبقه‌بندی‌هایی را ارائه کردند [۸].

## ۱-۲- متغیرهای مؤثر بر سیمان

از فاکتورهای اساسی که می‌تواند کیفیت سیمان جایگذاری شده در بدن را تغییر دهد می‌توان به زمان اختلاط، رطوبت و جذب آب، نسبت پودر به مایع، دما و ضریب انبساط حرارتی سیمان اشاره کرد.

### ۱-۲-۱- زمان اختلاط

در مراحل آماده‌سازی سیمان، می‌بایست نسبت به پیروی از راهنمای کارخانه سازنده در مورد زمان اختلاط، زمان کار، و زمان تحویل، اطمینان حاصل شود. برای سیمان‌های کامپوزیتی نوری، سخت شدن یک ضرورت در نظر گرفته می‌شود. پلیمریزاسیون هنگامی که سیمان در معرض نور سخت‌کننده قرار می‌گیرد، شروع می‌شود. سختی در عرض چند ثانیه بعد از تابش نور با دستگاه، با شدت بالا رخ می‌دهد. اگرچه ترمیم سیمان کامپوزیتی ظاهراً بعد از تابش نور سخت شده است، اما واکنش سخت شدن در طی یک دوره ۲۴ ساعته ادامه می‌یابد. تمام پیوندهای دوگانه کربنه غیراشباع موجود کامپوزیت‌ها با پایه متاکریلات واکنش نمی‌دهند. مطالعات نشان داده‌اند حدود ۲۵ درصد در حجم ترمیم واکنش نداده باقی می‌مانند [۸].

### ۱-۲-۲- رطوبت و جذب آب

انبساط مرتبط با جذب آب از محیط دهان قادر است مقداری تنش پلیمریزاسیون را آزاد نماید، اما جذب آب در مقایسه با انقباض پلیمریزاسیون و تنش‌های ایجاد شده فرآیندی آهسته است. اگر محل

<sup>۱</sup> International Organization for Standardization (ISO)

آماده‌سازی سیمان گرم یا مرطوب است، قرار گرفتن سیمان در معرض این محیط می‌تواند باعث از دست دادن آب و یا جذب رطوبت به آن گردد[۸].

### ۱-۲-۳- نسبت پودر به مایع

در سیمان‌ها با پایه پودری، ترکیب پودر بیش از حد یا خیلی کم، می‌تواند دانسیته را تغییر دهد، بنابراین در این مورد نیز می‌بایست با دقت از راهنمای کارخانه سازنده پیروی شود. در مواردی خاص برای افزایش زمان کاری یک سیمان، دندانپزشکان این نسبت را تغییر می‌دهند[۸].

### ۱-۲-۴- دما و ضریب انبساط حرارتی<sup>۱</sup>

ضریب انبساط حرارتی، تغییر در طول اولیه هر واحد ماده با افزایش حرارت می‌باشد. این خصوصیت، زمانی که دو ماده مختلف به هم متصل شده یا باند می‌شوند، اهمیت دارد. این متغیر در برخی از انواع سیمان‌ها، واکنش گرمازا را به تأخیر می‌اندازد. همچنین ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌ها بیشتر از مینا و عاج است. مقادیر بیشتر ضریب انبساط حرارتی برای کامپوزیت‌های میکروفیل به مقادیر بیشتر پلیمر موجود در آن‌ها مربوط می‌شود. تنش‌های حرارتی یک کرنش اضافی را به پیوند در ساختمان دندان وارد می‌کنند که اثر کمی بر تخریب انقباض پلیمریزاسیون دارد. تغییرات حرارتی ماهیت دوره‌ای دارند، اثر دوره‌ای می‌تواند منجر به خستگی ماده شده و پیوند اولیه را شکست دهد[۲].

در صورتی که شکاف ایجاد شود، تفاوت بین ضریب انبساط حرارتی دندان و کامپوزیت امکان نفوذ مایعات دهانی را در شکاف فراهم می‌آورد. هدایت حرارتی بخش فیلر غیر آلی در مقایسه با زمینه رزینی بیشتر است[۸].

<sup>۱</sup> Coefficient of Thermal Expansion (CTE)

### ۱-۳-۳- اصطلاحات و تعاریف

#### ۱-۳-۱- زمان کاری<sup>۱</sup>

مدت زمان اندازه‌گیری شده از آغاز اختلاط تا حداکثر زمانی که در آن ویسکوزیته به اندازه‌ای کم باشد که تحت فشار به آسانی به صورت یک لایه نازک جریان یابد [۹].

برای اکثر سیمان‌های کامپوزیتی که با نور مرئی سخت می‌شوند، نورهای روشن محیط کار نیز می‌توانند سخت شدن سیمان‌های کامپوزیتی قرارگرفته بر روی پد آماده‌سازی را که بدون محافظ است، آغاز نمایند. در طی ۶۰ تا ۹۰ ثانیه بعد از قرار گرفتن در معرض نور محیط، سطح سیمان ممکن است توانایی خود را برای جریان یافتن بر روی سطح دندان از دست بدهد و هرگونه کار بر روی ماده مشکل شود [۸].

#### ۱-۳-۲- زمان سخت شدن<sup>۲</sup>

فاصله زمانی اندازه‌گیری شده از آغاز یا پایان اختلاط تا زمانی که سیمان به مقاومت در برابر نیروی خارجی برسد که در اثر اعمال، در آن تغییر شکل دائمی به وجود نیاورد. زمان‌های سخت شدن برای سیمان‌های کامپوزیتی شیمیایی سخت شونده در محدوده ۳ تا ۵ دقیقه است [۹].

### ۱-۴- طبقه‌بندی سیمان‌ها بر اساس کاربرد

سیمان‌های دندانی را بسته به نوع کاربرد، می‌توان به سه بخش کلی طبقه‌بندی کرد [۱۰]:

#### ۱-۴-۱- عوامل چسباننده<sup>۳</sup>

ماده‌ای که برای نگه‌داشتن اجزاء ریخته‌گری به ساختار دندان، به عنوان یک چسب عمل می‌کند. عوامل چسباننده هم به صورت دائم و هم موقت طراحی شده‌اند و بسته به نوع کاربرد از ماده مورد نظر استفاده

<sup>۱</sup> Working time (WT)

<sup>۲</sup> Setting Time (ST)

<sup>۳</sup> Luting Agent

خواهد شد. این چسب‌ها موادی سخت و شکننده‌اند که از ترکیب پودر و محلول ساخته می‌شوند و پایه آن‌ها رزین یا اسید می‌باشد. عواملی که جهت چسباندن یک جزء به مینا یا عاج دندان استفاده می‌شوند باید قادر باشند تا پیوند مستحکمی بین جزء ترمیمی<sup>۱</sup> و عاج یا مینای دندان ایجاد کنند، علاوه بر این برای پالپ دندان و لثه تحریک‌کننده نباشند [۱۰].

#### ۱-۴-۲- سیمان دائم<sup>۲</sup>

برای سفت‌کاری طولانی‌مدت اجزاء ترمیمی مانند اینله، تاج، پل، ونیر و ثابت سازی اجزاء ارتودنسی، به‌کار می‌رود. کاربرد این سیمان در مواقعی است که جزء ترمیمی نیاز به برداشته شدن و یا تعویض ندارد و به‌صورت ثابت بر روی ایمپلنت یا دندان قرار می‌گیرد. این سیمان پیوند محکم‌تری را در مقایسه با سیمان‌های موقت با دندان و جزء ترمیمی برقرار می‌کند، بنابراین در مواقع استفاده از آن سطح دندان می‌بایست کاملاً از حضور هرگونه عیب و پوسیدگی پاک باشد [۱۰].

#### ۱-۴-۳- سیمان موقت<sup>۳</sup>

سیمان‌های موقت هنگامی استفاده می‌شود که ترمیم پس از مدتی مشخص، باید برداشته شود. اغلب، سیمان موقت، برای قرار دادن پوشش موقت انتخاب شده است تا پوشش پس از قرارگیری در جای خود برای مدتی به‌صورت آزمایشی مورد استفاده قرار گیرد و عیوب آن پس از استفاده مشخص شود و پس از رفع این عیوب توسط سیمان دائم در جای خود ثابت شود. ترمیم‌های موقتی ساخته‌شده از کامپوزیت‌ها عموماً سخت‌تر، محکم‌تر و با ثبات رنگ بیشتری نسبت به انواع ساخته شده از آکريل‌ها هستند [۱۰].

<sup>۱</sup> Restoration

<sup>۲</sup> Permanent cement

<sup>۳</sup> Temporary cement

سیمان‌های موقت باید حلالیت کمی در دهان داشته، با مواد ترمیمی سازگار باشند، انتخاب این که چه سیمانی باید استفاده شود، بر این اساس است که جزء ترمیمی چه مدت باید باقی بماند و آماده‌سازی دندان چگونه است. آماده‌سازی با طول کوتاه و تقارب زیاد نسبت به آماده‌سازی بلند و موازی نیازمند به سیمانی با گیر بیشتر است. ضخامت لایه‌ای سیمان موقت بر روی گیر آن مؤثر است [۱۱].

قوام بسیار کم، گیر کافی را فراهم نمی‌کند و قوام بسیار زیاد ممکن است از نشستن کامل جزء ترمیمی جلوگیری کند و نیروی زیادی جهت نشستن آن نیاز باشد که حتی ممکن است باعث شکستگی جزء شود. سیمان‌ها باید آن قدر قوی باشند که پروتز را نگه دارند و از سوی دیگر باید به اندازه کافی ضعیف باشند تا اجازه خارج نمودن جزء ترمیمی که موقت است را بدهند [۱۱].

#### ۱-۵- طبقه‌بندی سیمان‌ها بر اساس ترکیب شیمیایی

سیمان‌ها به لحاظ ترکیبات شیمیایی و ساختار اصلی به پنج نوع مختلف تقسیم می‌شوند که عبارت‌اند از [۱۰]:

##### ۱-۵-۱- اکسید روی اوژنول<sup>۱</sup>

این مواد از اوایل قرن ۱۹ به بازار عرضه شدند و کمترین تحریک‌کنندگی را بین همه مواد دندانانی دارند. pH آن‌ها به‌طور تقریبی ۷ بوده و اثر تسکین‌دهندگی روی پالپ دندان دارند. از آنجایی که اوژنول در غلظت‌های زیاد ممکن است اثرات سمی داشته باشد؛ بنابراین نباید در تماس مستقیم با پالپ قرار داده شود [۲].

ماده اولیه این نوع سیمان از دو جزء محلول و پودر تشکیل شده که پس از ترکیب با یکدیگر سیمان شکل می‌گیرد. ترکیب شیمیایی جزء محلول این سیمان شامل اوژنول، آب، استیک اسید، استات روی و کلراید کلسیم، و جزء پودری شامل اکسید روی، اکسید منیزیم و سیلیکا می‌باشد. محصولات اکسید

<sup>۱</sup> Zinc-oxide Eugenol (ZOE)

روی اوژنول در انواع دو خمیری و پودر و مایع موجود هستند. پودر، شامل اکسید روی (۷۰ درصد وزنی) و رزین که جهت کاهش شکنندگی افزوده شده و مایع آن اوژنول است [۱۰, ۱۱].

با وجودی که اکسید روی اوژنول به ساختار دندانی نمی‌چسبد، سطح تماس دندان-ترمیم را به خوبی تر<sup>۱</sup> می‌کند. اکسید روی اوژنول به آرامی توسط مایع مرطوب می‌شود، بنابراین اختلاطی طولانی مدت و قوی نیاز است. این سیمان به‌طور معمول جهت استفاده به‌عنوان آستر عرضه نمی‌شود [۵].

#### ۱-۵-۱-۱- کاربرد سیمان‌های اکسید روی اوژنول

**نوع اول** که فاقد استحکام و دوام طولانی‌مدت است و به‌عنوان سیمان موقت در پوشش‌های موقت استفاده می‌شود [۱۰].

**نوع دوم** که عوامل تقویت‌کننده به این سیمان افزوده شده و به‌عنوان سیمان دائم اجزاء ترمیمی استفاده می‌شود [۱۰].

#### ۱-۵-۲- فسفات روی<sup>۲</sup>

فسفات روی بیشتر از هر نوع سیمان دیگر در دندانپزشکی استفاده شده است و در بسیاری از پژوهش‌ها به‌عنوان شاهد به‌کار می‌رود. پودر آن شامل اکسید روی (۹۰ درصد) و اکسید منیزیم (۱۰ درصد) می‌باشد. مایع آن محتوی اسید فسفریک، آب و فسفات آلومینیوم می‌باشد که به‌عنوان یک عامل بافر کننده<sup>۳</sup> عمل می‌نماید. آب بر سرعت واکنش اسید-باز تأثیر می‌گذارد. از دست دادن آب حین واکنش ممکن است زمان سخت شدن را طولانی نماید و افزودن آب زمان سخت شدن را کوتاه می‌کند. تغییر در محتوای آب ممکن است هم استحکام فشاری و هم استحکام کششی را کاهش دهد [۱۰, ۱۲].

<sup>۱</sup> Seal

<sup>۲</sup> Zinc Phosphate (ZOP)

<sup>۳</sup> Buffering Agent

حداکثر ضخامت لایه‌ای برای فسفات روی به‌عنوان آستر ۲۵ میکرون می‌باشد. به دلیل اینکه قوام مخلوط به‌سرعت افزایش می‌یابد، نشان دادن جزء ترمیمی باید به‌سرعت بعد از اختلاط انجام گیرد، در غیر این صورت ممکن است نشان دادن آن مشکل شود. همچنین، چنانچه اندازه ذرات کوچک‌تر باشد، سخت شدن سریع‌تر رخ می‌دهد [۱۲].

در ابتدا فسفات روی به دلیل جذب آب کمی منبسط می‌شود و بعد از سخت شدن منقبض خواهد شد که خود یکی از معایب این سیمان است. فسفات روی از طریق تداخلات شیمیایی به ساختار دندانی نمی‌چسبد، اما به‌جای آن، گیر مکانیکی در سطح تماس به‌وجود می‌آورد [۱۳].

#### ۱-۵-۲-۱- کاربرد سیمان‌های فسفات روی

**نوع اول** با دانه‌بندی مناسب که برای سفت‌کاری و چسباندن دائم اجزاء ترمیمی مانند تاج، اینله‌ها، انله‌ها و پل‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد. این مواد لایه فیلم نازکی را که برای محل استقرار دقیق اجزاء لازم است، ایجاد می‌کند [۱۰].

**نوع دوم** با دانه‌بندی متوسط که برای استفاده به‌عنوان یک پایه عایق برای آماده‌سازی‌های حفره‌های عمیق توصیه می‌شود [۱۰].

#### ۱-۵-۳- پلی‌کربوکسیلات روی<sup>۱</sup>

پلی‌کربوکسیلات روی در دهه ۱۹۶۰ ابداع گردید تا هم استحکام فسفات روی و هم سازگاری زیستی اکسید روی اوژنول را هم‌زمان داشته باشد. پودر محتوی اکسید روی و اکسید منیزیم است. مایع محتوی ۴۰-۳۵ درصد محلول آبی اسید پلی‌آکریلیک، اسید اتاکونیک<sup>۲</sup>، اسید مالیک<sup>۳</sup>، اسید تارتاریک<sup>۴</sup> و آب

<sup>۱</sup> Zinc Polycarboxylate (ZPC)

<sup>۲</sup> Itaconic acid

<sup>۳</sup> Maleic acid

<sup>۴</sup> Tartaric acid



است که این محصولات را از فسفات روی متمایز می‌نماید. محصولات پلی کربوکسیلات روی میزان آزادسازی فلورایدی برابر با ۲۰-۱۵ درصد محصولات گلاس آینومرها را دارند، که با آزادسازی فلوراید، فلوراید به مینای مجاور نفوذ کرده، تا حدی اثرات ضد پوسیدگی ایجاد می‌نماید [۱۱].

زمانی که پلی کربوکسیلات روی به‌عنوان سیمان استفاده شود، شکست در سطح تماس سیمان-فلز رخ می‌دهد، در حالی که در فسفات روی در سطح تماس سیمان-دندان دچار شکست می‌شود که چسبندگی بیشتر سیمان پلی کربوکسیلاتی را به دندان نشان می‌دهد. به دلیل خاصیت تغییر شکل پلاستیک، برداشت اضافات پلی کربوکسیلات روی مشکل است و شکل‌دهی و پرداخت سطح آن به سختی صورت می‌گیرد [۴].

پلی کربوکسیلات روی مزایای متعددی دارد که می‌توان به سازگاری زیستی، چسبندگی به دندان و سهولت کاربرد اشاره کرد. نیاز به نسبت مناسب پودر و مایع، استحکام کمتر و ویسکوزیته بیشتر از فسفات روی، زمان کارکرد کوتاه‌تر و نیاز به سطح دندانی تمیز جهت چسبندگی مطلوب از معایب این ماده به شمار می‌آیند [۱۰].

### ۱-۳-۵-۱- کاربرد سیمان‌های پلی کربوکسیلات روی

استفاده به‌عنوان سیمان دائمی برای اجزاء ترمیم، تاج‌های فولاد ضدزنگ و پیوندهای ارتودنسی، همچنین از این سیمان می‌توان به‌عنوان یک پایه غیر محرک در هر دو ترمیم کامپوزیت یا آمالگام استفاده کرد. یک ترمیم متوسط حاصل کار با این سیمان است که با یک ترمیم خیلی خوب فاصله چندانی دارد [۱۰].

## ۱-۵-۴- گلاس آینومر<sup>۱</sup>

شیشه‌های زیست سازگار و شیشه-سرامیک‌ها برای پاسخ دادن به نیاز اکتیویته در ایمپلنت‌های بایو سرامیک خنثی مطرح شده‌اند. در سال ۱۹۶۷، Hench پیشنهاد کرد که با تغییر ترکیب شیمیایی شیشه، امکان انجام واکنش‌هایی با سیستم‌های بیولوژیکی و تهیه پیوندهای شیمیایی بین بافت‌های زنده و سطح ایمپلنت ایجاد می‌شود [۱۴].

گلاس آینومرها متشکل از دو جزء هستند: گلاس فلورو آلومینو سیلیکات کلسیم قابل حل در اسید و محلول آبی اسید پلی آکرلیک، ممکن است اسید اتاکونیک، اسید مالیک یا اسید تری کربوکسیلیک به منظور کاهش ویسکوزیته و اسید تارتاریک جهت بهبود خصوصیات کاربری، افزایش زمان کارکردن و کاهش زمان سخت شدن اضافه شوند [۱۲].

اصل اساسی در مورد گلاس آینومرها، واکنش بین پودر سیلیکا گلاس و مایع پلی آکرلیک اسید می‌باشد. ذرات گلاس، طی یک واکنش اسید-باز به وسیله اسید حل شده، باعث آزادسازی یون‌های سدیم، آلومینیوم، کلسیم و فلئور به داخل محیط آبی می‌شود. آب به عنوان محیط واکنش عمل کرده، میزان مناسب آن باعث ایجاد مخلوطی قوی‌تر می‌شود [۱۲].

به طور کلی، استحکام فشاری گلاس آینومر قابل قیاس با فسفات روی بوده، استحکام کششی آن اندکی بیشتر از فسفات روی است. ضریب کشسانی آن به طور تقریبی نصف فسفات روی است و این یعنی سفتی<sup>۲</sup> ماده کمتر است. یکی از مزایای گلاس آینومرها، توانایی آن برای پیوند به ساختار دندان است. چسبندگی به علت ایجاد پیوند هیدروژنی گروه‌های کربوکسیل پلی اسیدها به کلسیم موجود در آپاتیت مینا و عاج می‌باشد. به علاوه، اتصال میکرومکانیکی گلاس آینومرها با ساختار دندان نیز ثابت شده است [۱۵، ۱۰].

<sup>۱</sup> Glass Ionomer

<sup>۲</sup> Stiffness

### ۱-۵-۴-۱- کاربرد سیمان‌های گلاس آینومر

نوع اول که برای چسباندن اجزاء ترمیم فلزی و پیوند مستقیم براکت<sup>۱</sup> ارتودنسی استفاده می‌شود.

نوع دوم که برای ترمیم مناطق فرسوده در نزدیکی لثه طراحی شده.

نوع سوم که برای استفاده به‌عنوان آستر و مواد چسبنده به عاج استفاده می‌شود.

### ۱-۵-۵-۱- رزین کامپوزیتی<sup>۲</sup>

سیمان‌های رزینی، کامپوزیت‌هایی با ذرات فیلر کوچک و میزان فیلر اندک جهت اطمینان از ضخامت لایه‌ای نازک می‌باشند. کامپوزیت‌های با پایه رزینی ابتدا در دهه ۱۹۶۰ میلادی معرفی شدند و موادی با خواص مکانیکی بالاتر نسبت به آکریل‌ها و سیلیکات‌ها، ضریب انبساط حرارتی کمتر، تغییر ابعادی پایین‌تر حین سخت شدن و مقاومت بیشتر به سایش و نهایتاً عملکرد کلینیکی بهبودیافته، ایجاد نمودند [۱۰].

کامپوزیت‌های اولیه با واکنش شیمیایی فعال می‌شوند، نسل بعدی با نور فرابنفش<sup>۳</sup> فعال می‌شوند. بعدها این کامپوزیت‌ها با طول‌موج نور مرئی فعال شدند. بهبودهای مداوم تکنولوژی کامپوزیت سازی سبب عرضه مواد جدید با دوام عالی، مقاوم به سایش و شبیه‌سازی زیبایی دندان طبیعی بود. به‌خصوص، ورود نانو تکنولوژی در کنترل شکل و ظاهر فیلر سبب بهبود زیاد این دسته از مواد گردید. علاوه بر آن، تکامل عوامل پیوند برای پیوند کامپوزیت‌ها به ساختار دندانی، طول عمر و عملکرد کامپوزیت‌های ترمیمی را افزایش داد [۸].

<sup>۱</sup> Bracket

<sup>۲</sup> Composite resin

<sup>۳</sup> Ultra Violet (UV)

سیمان‌های رزینی بر اساس مواد اولیه و روش سخت شدن به ۳ دسته تقسیم‌بندی می‌شوند [۱]:

**دسته اول**، شامل مواد خودبه‌خود سخت شونده<sup>۱</sup> است که به‌صورت پودر- محلول آلی یا خمیر- خمیر عرضه می‌شوند. این دسته به آهستگی سخت شده، زمان کارکرد بیشتری دارند [۱].

**دسته دوم**، شامل مواد یک جزئی بوده، توسط نور سخت می‌شوند<sup>۲</sup> و زمان کارکرد بیشتری دارند اما به نور محیط حساس هستند [۱].

**دسته سوم**، محصولات سخت شونده به‌صورت دوگانه<sup>۳</sup> هستند. آن‌ها به‌سرعت با نور سخت شده، برای به دست آوردن استحکام کافی در طی زمان به سخت شدن شیمیایی ادامه می‌دهند [۱].

عواملی که باعث برتری سیمان‌های رزینی نسبت به سایر سیمان‌ها شده است را می‌توان در خواص فیزیکی قابل‌مقایسه، ضخامت فیلم کم و ترکیب نامحلول در دهان دانست [۱].

#### ۱-۵-۵-۱- کاربرد سیمان‌های رزین کامپوزیتی

فراهم نمودن زیبایی، خصوصیات مکانیکی مطلوب، ثبات ابعادی، ثبات رنگ و چسبندگی میکرومکانیکی بسیار خوب این سیمان‌ها سبب شده تا به‌طور گسترده در بسیاری از کاربردهای دندانپزشکی مورد استفاده قرار گیرند [۲].

همگی این محصولات موادی رادیوپاک و سخت شونده به‌صورت دوگانه می‌باشند که سبب می‌شود جهت چسباندن تقریباً هر نوع جزء ترمیمی غیر مستقیمی مناسب باشند که چسباندن اینله و آنله سرامیکی، فلزی یا رزینی و همچنین چسباندن ونیر سرامیکی یا پیوند مستقیم براکت ارتودنسی از جمله این کاربردها می‌باشد [۲]. برخی از خواص سیمان‌های مختلف برای مقایسه با یکدیگر در جدول ۱-۱ آورده شده که نشانگر برتری سیمان رزینی به سایر سیمان‌ها می‌باشد.

---

<sup>۱</sup> Self-cure

<sup>۲</sup> Light cure

<sup>۳</sup> Dual cure

جدول ۱-۱: برخی از خواص سیمان‌های دندان‌انی [۱۲]

| سیمان             | زمان سخت شدن<br>(دقیقه) | ضخامت فیلم<br>(میکرومتر) | استحکام فشاری<br>(مگاپاسکال) | درصد<br>حلالیت | تحریک<br>پالپ  | چسبندگی<br>(مگاپاسکال) |
|-------------------|-------------------------|--------------------------|------------------------------|----------------|----------------|------------------------|
| فسفات روی         | ۵-۶                     | ۲۰                       | ۹۰-۱۲۰                       | ۰/۰۶           | متوسط          | ۰                      |
| پلی کربوکسیلات    | ۵-۶                     | ۲۰-۳۰                    | ۴۰-۶۰                        | ۰/۰۶           | خفیف           | ۱-۳                    |
| گلاس آینومر       | ۴-۶                     | ۲۰-۲۵                    | ۱۷۰-۲۰۰                      | ۱/۳            | خفیف-<br>متوسط | ۷-۱۰                   |
| اکسید روی اوژنول  | ۴-۱۰                    | ۲۵                       | ۲۰-۵۰                        | ۰/۰۴           | خفیف           | ۰                      |
| رزین کامپوزیتی    | پخت شیمیایی<br>۲-۴      | ۵-۱۰                     | ۱۰۰-۴۰۰                      | ۰/۰۱           | متوسط          | ۰-۵                    |
| عاج <sup>۱</sup>  | -                       | -                        | ۲۵۰-۳۰۰                      | -              | -              | -                      |
| مینا <sup>۲</sup> | -                       | -                        | ۳۵۰-۴۰۰                      | -              | -              | -                      |

### ۱-۶- هیدروکسی آپاتیت<sup>۲</sup>

هیدروکسی آپاتیت با فرمول شیمیایی  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ ، از مهم‌ترین بیوسرامیک‌های مورد استفاده در پزشکی است که در سال‌های اخیر تحقیقات زیادی را به خود اختصاص داده و از واژه فسفات هیدروکسید کلسیم نیز برای آن استفاده شده است. از نظر ساختار شیمیایی شبیه ترکیبات معدنی استخوان‌ها و بافت‌های سخت پستانداران می‌باشد. این بیومتریال یکی از موادی است که در گروه بیوسرامیک‌های زیست فعال<sup>۴</sup> قرار می‌گیرد، به این معنی که پس از کاشت آن در بدن بافت استخوان جدیدی بر روی آن رشد کرده و اتصال محکمی بین این نوع ماده با بدن برقرار می‌شود که در ارتوپدی، دندانپزشکی و درمان‌های ناحیه فک و صورت کاربرد دارد. خصوصیت اصلی هیدروکسی آپاتیت شامل وارد شدن در ساختارهای استخوانی و حمایت از رشد استخوان است، بدون این‌که در آن حل شود [۱۶].

<sup>۱</sup> Dentin<sup>۲</sup> Enamel<sup>۳</sup> Hydroxyapatite (HAp)<sup>۴</sup> Bio-active

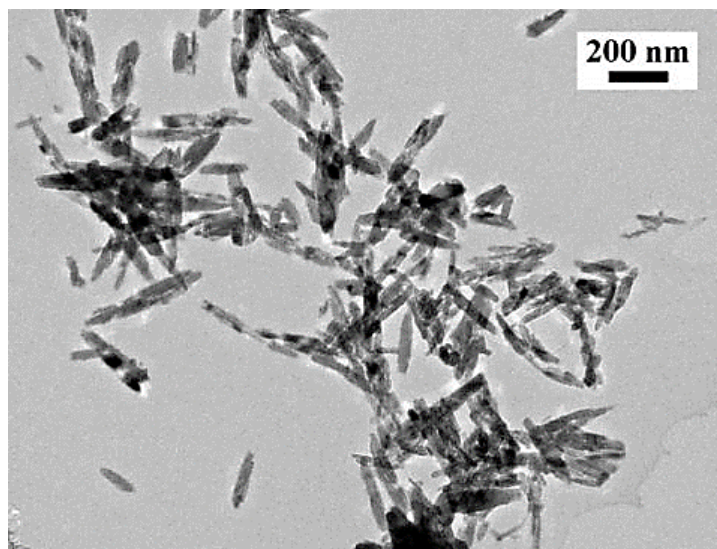
هیدروکسی آپاتیت از نظر ترکیب شیمیایی و ساختار شبیه بخش غیر آلی استخوان بوده و در نتیجه، پیوند قوی با مواد معدنی ایجاد می‌کند. هیدروکسی آپاتیت با بافت‌های سخت و نرم زیست سازگار است. به عبارت دیگر، استخوان دوست بوده اما جذب نمی‌شود و تحلیل نیز نمی‌رود. این ماده استخوان‌سازی را تحریک کرده و باعث می‌شود استخوان به درون تخلخل‌های موجود رشد کند [۱۶].

هیدروکسی آپاتیت پیوند مستقیمی با استخوان ایجاد کرده که باعث می‌شود چسبندگی مطلوبی حاصل شود. در نتیجه، با توجه به خاصیت زیست سازگاری هیدروکسی آپاتیت، با استخوان و نیز با بافت‌های نرم این ماده بهترین جانشین برای بافت‌های سخت بدن می‌باشد [۱۷].

هیدروکسی آپاتیت از نظر گرمایی یک ترکیب بدون ثبات بوده و در بازه دمایی  $1200^{\circ}\text{C}$  -  $800^{\circ}\text{C}$  تجزیه می‌گردد. نسبت کلسیم به فسفات در هیدروکسی آپاتیت بیولوژیک برابر  $1/67$  این نسبت بسیار شبیه نسبت کلسیم به فسفات در مینای دندان انسان و نیز استخوان با نسبت  $1/58$  می‌باشد [۱۸].

استفاده از هیدروکسی آپاتیت در دندانپزشکی به دلیل مزایایی نظیر میزان رادیوپاسیته<sup>۱</sup> داخلی در حد سختی ایده آل مشابه دندان‌های طبیعی و نیز خواص سایشی بهبود یافته مورد توجه قرار گرفته است. هیدروکسی آپاتیت کاربردهای فراوانی در ترمیم پرکردگی توسعه و بازسازی بافت‌های استخوانی آسیب دیده دارد. استخوان طبیعی از کلسیم فسفات به همراه بلورهای شبه سوزنی در ابعاد نانو به میزان تقریبی ۲۰-۵ نانومتر ساخته شده است [۱۹].

<sup>۱</sup> Radiopacity



شکل ۱-۱: عکس TEM مربوط به نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت [۱۹].

برخی تحقیقات باهدف بهینه‌سازی خصوصیات، زیست‌فعالی، استحکام مکانیکی و قابلیت انحلال این ماده از طریق کنترل ترکیبات، مورفولوژی و اندازه نانو ذرات انجام شده‌اند. در تکنیک نانو، کلسیم و فسفات در سطوح مولکولی دستکاری شده و به‌منظور تولید مواد با ساختار اختصاصی و خصوصیات عملکردی ترکیب می‌گردند. در بسیاری از موارد پزشکی، علت این‌که ایمپلنت‌های ساخته‌شده با مواد متداول اغلب درنهایت از بدن پس‌زده می‌شوند، اندازه بزرگ دانه‌ها و همچنین آلودگی‌های سطح مولکولی و ناخالصی‌هاست. با بهره‌گیری از نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت درصد خلوص مولکولی افزایش و ویژگی‌های مکانیکی آن نیز بهبود می‌یابد [۲۰].

به‌صورت کلی، هیدروکسی آپاتیت به‌تنهایی استحکام مکانیکی کافی برای کاربرد در نواحی با اعمال بارهای طولانی‌مدت را ندارد و به دلیل تردی بالا، تافنس و مقاومت به شکست بسیار پایینی را نیز داراست. این نقص در کنار خصوصیات مطلوب آن سبب شده است تا مطالعات گسترده‌ای در جهت استفاده از ذرات هیدروکسی آپاتیت، در ساخت کامپوزیت‌ها، به‌عنوان فاز تقویت‌کننده صورت گیرد [۱].

## ۷-۱- تعریف مسئله

امروزه دندانپزشکان تمایل دارند تا از رزین‌های سخت شونده به صورت دوگانه استفاده نمایند که باعث می‌شود رزین‌ها برای چسباندن ونیرها و اینله‌ها مناسب باشند. سیمان‌های رزینی استحکام زیاده‌تری نسبت به گلاس آینومرهای نوری دارند و برخلاف گلاس آینومرهای نوری منبسط نمی‌شوند [۱].

سیمان رزینی Panavia F2.0 (Kuraray Medical Inc, Japan) با پایه پلی متیل متاکریلات<sup>۱</sup> پرکاربردترین سیمان مورد استفاده دندانپزشکی در حال حاضر است. پایه این سیمان از ترکیب شدن مونومر متیل متاکریل به صورت خود پز به وجود می‌آید و به دو صورت نوری و یا با افزودن مواد قابل سخت شدن است [۲۱].

حجم عمده‌ای از مونومرهای به کاررفته برای سیمان‌های زمینه رزینی، اجزای دی متاکریلات هستند. دو مونومری که به طور شایع به کار می‌روند شامل Bis-GMA و UDMA می‌باشند. هر دو حاوی پیوندهای دوگانه کربنی در هر انتها هستند که سبب پلیمریزاسیون افزایشی به وسیله آغازگرهای رادیکال آزاد می‌شوند [۲۲]. (جدول ۲-۱)

جدول ۲-۱: مخفف، نام شیمیایی و ترکیب چند مونومر بکار رفته در ساخت سیمان‌های رزینی [۲۲]

| مخفف    | نام شیمیایی                                                        | شرکت سازنده                              |
|---------|--------------------------------------------------------------------|------------------------------------------|
| Bis-GMA | 2,2-Bis[ $\rho$ -(2'-hydroxy-3'-methacryloxypropoxy)pHeny]-propane | Freeman Chemical Co. Port Washington, WI |
| TEGDMA  | Triethyleneglycol dimethacrylate                                   | Esstech, Essington, PA                   |
| HEMA    | 2-Hydroxyethyl methacrylate                                        | Esstech, Essington, PA                   |
| MPTMS   | 3-Methacryloxypropoxytrimethoxy silane                             | Aldrich Chem, Co. Milwaukee, WI          |
| ZrDMA   | Zirconyl dimethacrylate                                            | Rohm Tech. Inc. Malden, MA               |
| CQ      | CampHorquinone                                                     | Aldrich Chem, Co. Milwaukee, WI          |
| 4EDMAB  | Ethyl-4-N,N-dimethylamino benzoate                                 | Aldrich Chem, Co. Milwaukee, WI          |

<sup>۱</sup> Polymethylmethacrylate (PMMA)



ویسکوزیته مونومرها، خصوصاً Bis-GMA بالاست و رقیق کننده‌ها باید به آن افزوده شوند. بنابراین زمانی که مخلوط رزین با فیلر ترکیب شود، باید به یک قوام قابل کارکرد در کلینیک برسد. ترکیبات با وزن مولکولی کم همراه با پیوندهای دوگانه کربنه دوکاره، برای مثال TEGDMA یا Bis-EMA<sup>۶</sup> به وسیله سازندگان اضافه شده‌اند تا ویسکوزیته کامپوزیت را کنترل نموده و کاهش دهند [۲۲].

پلی متیل متاکریلات در اوایل ۱۹۶۰ توسط Charnley و Smith ایجاد شد. توانایی پلی متیل متاکریلات به مطابقت با شکل اطراف خود، به این سیمان اجازه می‌دهد تا حتی بار ناشی از ترمیم را توزیع کند و یک پیوند مکانیکی قوی با ترمیم را تشکیل دهد [۲۳].

سیمان Panavia F2.0 جزء دسته سوم از دسته‌بندی سیمان‌های رزینی ذکر شده می‌باشد و از دو جزء خمیری تیوب<sup>۱</sup> A و تیوب B تشکیل شده که اجزای اصلی سیمان را شکل می‌دهند و با نسبت اختلاط مساوی باهم مخلوط می‌شوند و به دو روش تابش با نور و توسط محلول جلوگیری کننده از نفوذ اکسیژن<sup>۲</sup> قابل سخت شدن می‌باشد. زمان نوردهی<sup>۳</sup> استاندارد با اکثر دستگاه‌های نوردهی دندان، حدود ۲۰ ثانیه است. عموماً این مقدار برای سخت شدن رزین با رنگ روشن تا عمق ۲/۵-۲ میلی‌متر کافی است، با این فرض که نوک دستگاه در مجاورت سطح ترمیم باشد [۲۱].

ساختار دندان غالباً محل قرارگیری نوک دستگاه نوردهی در نزدیک سطح ترمیم را مشکل می‌سازد. زمان نوردهی ۴۰ ثانیه، درجه پلیمریزه شدن را در تمام اعماق افزایش داده و برای کسب سخت شدن کافی با رنگ‌های تیره‌تر ضروری است، اما باید توجه داشت که نوردهی بیش از حد سیمان به شدت تردی را بالا می‌برد، از این رو باید طبق دستورالعمل شرکت سازنده عمل شود، که برای این سیمان زمان کاری، ۳ دقیقه می‌باشد. [۸].

---

<sup>۱</sup> PASTE

<sup>۲</sup> OXYGURD

<sup>۳</sup> Exposure

به دلیل خواص مکانیکی محدود و سازگاری ضعیف با استخوان و عاج، استفاده بالینی از سیمان Panavia F2.0 با عوارض همراه است. برخی از نمونه‌های این محدودیت‌ها، شکنندگی و انقباض پلی متیل متاکریلات‌ها، تولید حفره در حین انجام کار، عدم چسبندگی به عاج و واکنش حرارت زا پلیمریزاسیون است که می‌تواند منجر به آسیب بافت استخوان یا دندان گردد [۲۴، ۲۵].

در بسیاری از تحقیقات صورت گرفته توسط پژوهشگران، مشخص گردیده که افزودن نانو هیدروکسی آپاتیت به سیمان می‌تواند باعث بهبود خواص مکانیکی آن نظیر سختی شده و نیز پیوند مستحکم‌تری با عاج ایجاد نماید که در فصل مروری بر تحقیقات انجام‌شده به مواردی از آن اشاره می‌شود [۲۶].

همچنین ساختار پودر تقویت‌کننده در این پژوهش نانو است و جدیدترین تکامل در تکنولوژی ساخت کامپوزیت‌ها، استفاده از نانو تکنولوژی در تکامل فیلرهاست. نانو تکنولوژی به معنای تولید مواد اصلی و ساختارهایی در ابعاد ۱ تا ۱۰۰ نانومتر (مقیاس نانو) به وسیله روش‌های شیمیایی و فیزیکی مختلف است. نانو تکنولوژی نیازمند ابزارها و سیستم‌هایی است که فراهم‌کننده ساختارهایی با خواص و عملکردهای نوین است زیرا سایز ذرات کوچک است. فاز جامد نانومتری می‌تواند کریستالی، شبه کریستالی و یا آمورف باشد. در حقیقت افزودن ذرات در ابعاد نانومتری سبب کنترل بهتر ریزساختار و در نهایت رسیدن به خواص مطلوب می‌شود. مهم‌ترین ویژگی مواد اولیه نانومتری، میانگین اندازه ذرات خیلی ریز و خلوص بالاست. هم‌اکنون "نانو ذرات اکسید"، بیشترین انواع نانو مواد کاربردی در کامپوزیت‌های دندانپزشکی هستند [۸].

در این پژوهش، یک نوع پرکاربرد از سیمان رزین کامپوزیتی که به دلیل خواص مکانیکی و فیزیکی قابل مقایسه، مورد توجه دندانپزشکان قرار گرفته، مورد مطالعه و بررسی قرار گرفته و سعی بر این است که از طریق کامپوزیت سازی این سیمان با فاز تقویت‌کننده پودر نانو هیدروکسی آپاتیت خواص این سیمان بهبود یابد و در کنار آن تأثیر عامل اتصال بر روی استحکام مشاهده شود و همچنین از خواص زیست فعالی هیدروکسی آپاتیت در اختلاط با سیمان استفاده شود.



## فصل ۲ مروری بر تحقیقات انجام شده

کامپوزیت‌های پلیمری تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت، نمونه‌ای از موادی است که می‌تواند به عنوان سیمان استخوان<sup>۱</sup> در پر کردن نقص استخوان، پر کردن دندان پوشش پروتزهای تعویضی و ایمپلنت‌های دندانی استفاده شود [۲۷].

سیمان استخوان، پودر یا مخلوط پودری است که با یک فاز مایع در دمای اتاق یا بدن مخلوط می‌شود. سیمان‌های استخوانی، معمولاً در حفرات بدن به منظور تزریق یا تثبیت ماده کاشتنی جای داده می‌شوند. به عبارت دیگر، برای دو منظور به کار برده می‌شوند: تثبیت کننده ایمپلنت‌ها و پرکننده‌های استخوانی. سیمان‌های استخوان بر دو پایه پلیمری و سرامیکی بنا گذاشته شده‌اند. از متداول ترین سیمان‌های پلیمری می‌توان سیمان پلی متیل متاکریلات را نام برد.

از نکات منفی در مورد این سیمان می‌توان به بالا رفتن دما تا حدود ۹۰ درجه سانتی‌گراد در حین گیرش اشاره کرد. در سه دهه اخیر، سیمان‌های سرامیکی به دلیل زیست فعال بودن و داشتن قابلیت هدایت استخوان‌سازی<sup>۲</sup>، جایگزین مناسبی برای سیمان‌های پلیمری در بعضی از کاربردها از جمله تثبیت

---

<sup>۱</sup> Bone Cement

<sup>۲</sup> Osteoconductive

ایمپلنت‌ها و پروتزها، پر کردن حفرات استخوانی و ترمیم بافت استخوانی شناخته شده‌اند. ولی به دلیل استحکام پایین این سیمان‌ها نسبت به سیمان‌های پلی متیل متاکریلات به کارگیری آن‌ها به جراحی فک و مجسمه محدود شده است که به علت عدم اعمال نیروی زیاد بر استخوان و بافت‌های این نواحی، می‌توان از این سیمان‌ها استفاده کرد؛ اما تحقیقات زیادی به منظور افزایش استحکام این سیمان‌ها در حال انجام می‌باشد [۲۸].

بسیاری از محققین درباره پلی متیل متاکریلات<sup>۱</sup> تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت به عنوان یک سیمان بالقوه استخوان تحقیق کرده‌اند. درواقع افزودن هیدروکسی آپاتیت به سیمان می‌تواند زیست سازگاری آن را افزایش داده و همچنین به خواص مکانیکی سیمان به دو دلیل زیست سازگاری و هدایت استخوانی کمک کند [۲۸، ۲۹].

بسته به مقدار هیدروکسی آپاتیت اضافه شده، خواص مکانیکی و حرارتی سیمان می‌تواند متفاوت باشد. همچنین گزارش شده است که اندازه و خواص سطحی ذرات می‌تواند خواص مکانیکی سیمان استخوان را افزایش یا کاهش دهد [۳۰].

---

<sup>۱</sup> Polymethylmethacrylate (PMMA)

## ۲-۱- مطالعات انجام شده

لوی جابر و همکارانش، تأثیر پودر هیدروکسی آپاتیت را بر روی پالپ دندان موش آزمایشگاهی مورد ارزیابی قرار دادند. در این آزمایش که بر روی ۴۵ دندان مشابه از موش‌های مورد آزمایش انجام شد، حفره پالپ آلوده شده<sup>۱</sup> دندان‌ها توسط یک لایه هیدروکسی آپاتیت پوشش داده شد و در شرایط کنترل شده قرار گرفت و حفره دندان با یک ماده ترمیمی پر شد. پس از آن به مدت ۳ هفته متوالی هر هفته تأثیر هیدروکسی آپاتیت بر روی شکل‌گیری عاج و ترمیم پالپ دندان اندازه‌گیری شد. پس از ۲۸ روز یک دیواره کامل از عاج در فصل مشترک پودر و دندان شکل گرفته بود که ناشی از تأثیر زیست فعال بودن و قدرت نفوذ بالای پودر هیدروکسی آپاتیت به زمینه که عاج دندان است، می‌باشد [۳۱].

وانگ و روودر، تأثیر شکل و اندازه ذرات یک تقویت کننده با زمینه یکسان را مورد مطالعه قرار دادند و دریافتند که اندازه ذرات کوچک‌تر با نسبت قطر به طول بزرگ‌تر خواص مکانیکی کامپوزیت را افزایش می‌دهد [۳۲، ۳۳].

لابلا و همکاران، تأثیر افزودن درصد‌های مختلف پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با عامل اتصال سیلان و بدون آن، به عنوان فاز تقویت کننده به دو زمینه پلیمری با پایه متاکریلاتی را مورد بررسی قرار دادند. طی آن آزمون‌های استحکام کشش قطری<sup>۲</sup>، استحکام خمشی و سختی ویکرز بر روی نمونه‌ها انجام شد. نتایج آزمایش نشان داد که تمامی خواص مکانیکی کامپوزیت‌های مورد آزمایش زمانی که از هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده استفاده شده بود، بهبود بیشتری داشتند. نتایج کار این تحقیق در جدول ۱-۳ و جدول ۲-۳ و ۳-۳ ارائه شده است [۲۰].

<sup>۱</sup> Exposed<sup>۲</sup> Diametral Tensile Strength

جدول ۱-۲: استحکام خمشی دو کامپوزیت با زمینه متفاوت تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت [۲۰]

| % HAp                                                                          |      |   | Mean Flexural strength (MPa) |               |
|--------------------------------------------------------------------------------|------|---|------------------------------|---------------|
| w/w                                                                            | v/v  | n | Treated HAp                  | Untreated HAp |
| Urethane dimethacrylate-based composites                                       |      |   |                              |               |
| 60                                                                             | 34.1 | 5 | 88.04                        | 57.69         |
| 67                                                                             | 41.2 | 5 | 81.41                        | 57.82         |
| 80                                                                             | 58.0 | 5 | 69.80                        | -             |
| 2,2-Bis-4(2-hydroxy-3-methacryloyloxypropoxy) phenyl propane- based composites |      |   |                              |               |
| 60                                                                             | 34.9 | 5 | 67.65                        | 55.42         |
| 67                                                                             | 42.1 | 5 | 74.12                        | 58.74         |
| 80                                                                             | 58.9 | 5 | 75.76                        | -             |

طبق نتایج جدول ۱-۲ استحکام خمشی در کامپوزیت با زمینه Urethane dimethacrylate تقویت شده با پودر عملیات سطحی شده، که بیشترین استحکام را داراست با افزایش درصد تقویت کننده کاهش می یابد. همچنین کامپوزیت های تقویت شده با پودر عملیات سطحی شده در هر دو زمینه کامپوزیت با هر درصد وزنی پودر تقویت کننده استحکام بالاتری نسبت به کامپوزیت تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت دارند [۲۰].

جدول ۲-۲: استحکام کشش قطری دو کامپوزیت با زمینه متفاوت تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت [۲۰]

| % HA                                                                           |      |   | Mean Diametral Tensile Strength (MPa) |               |
|--------------------------------------------------------------------------------|------|---|---------------------------------------|---------------|
| w/w                                                                            | v/v  | n | Treated HAp                           | Untreated HAp |
| Urethane dimethacrylate-based composites                                       |      |   |                                       |               |
| 60                                                                             | 34.1 | 5 | 34.3                                  | 23.8          |
| 67                                                                             | 41.2 | 5 | 33.8                                  | 22.8          |
| 80                                                                             | 58.0 | 5 | 32.6                                  | -             |
| 2,2-Bis-4(2-hydroxy-3-methacryloyloxypropoxy) phenyl propane- based composites |      |   |                                       |               |
| 60                                                                             | 34.9 | 5 | 33.6                                  | 22.5          |
| 67                                                                             | 42.1 | 5 | 33.5                                  | 22.3          |
| 80                                                                             | 58.9 | 5 | 30.2                                  | -             |

طبق نتایج جدول ۲-۲ استحکام کشش قطری در کامپوزیت با زمینه Urethane dimethacrylate تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده، که بیشترین استحکام را داراست با افزایش درصد تقویت کننده کاهش می‌یابد. تغییرات استحکام کشش قطری برای هر دو زمینه کامپوزیت مشابه تغییرات استحکام خمشی می‌باشد [۲۰].

جدول ۲-۳: سختی ویکرز دو کامپوزیت با زمینه متفاوت تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت [۲۰]

| % HA                                                                           |      |    | Mean Vikeers hardness (MPa) |               |
|--------------------------------------------------------------------------------|------|----|-----------------------------|---------------|
| w/w                                                                            | v/v  | n  | Treated HAp                 | Untreated HAp |
| Urethane dimethacrylate-based composites                                       |      |    |                             |               |
| 60                                                                             | 34.1 | 10 | 44.2                        | 38.5          |
| 67                                                                             | 41.2 | 10 | 52.7                        | 44.9          |
| 80                                                                             | 58.0 | 10 | 60.3                        | -             |
| 2,2-Bis-4(2-hydroxy-3-methacryloyloxypropoxy) phenyl propane- based composites |      |    |                             |               |
| 60                                                                             | 34.9 | 10 | 48.4                        | 42.6          |
| 67                                                                             | 42.1 | 10 | 69.6                        | 54.0          |
| 80                                                                             | 58.9 | 10 | 69.7                        | -             |

طبق نتایج جدول ۲-۳ سختی ویکرز در کامپوزیت با زمینه phenyl propane تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده، برخلاف استحکام‌های به‌دست‌آمده که بیشترین استحکام را داراست، با افزایش درصد تقویت کننده افزایش می‌یابد. این افزایش برای هر دو پایه کامپوزیت قابل مشاهده می‌باشد و در همه موارد سختی به‌دست آمده از کامپوزیت تقویت شده با پودر عملیات سطحی شده بیشتر از کامپوزیت تقویت شده با پودر عملیات سطحی نشده است [۲۰].

والوو به همراه همکارانش، نشان داد که اضافه کردن تا ۱۵ درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت به سیمان پلی متیل متاکریلات می‌تواند مدول خمشی را بهبود بخشد اما با این مقدار هیدروکسی آپاتیت، استحکام کششی و مقاومت فشاری سیمان پایه پلی متیل متاکریلات ثابت باقی می‌ماند [۳۴]. همچنین ایشی‌هارا



و همکاران، مشاهده کردند که چقرمگی شکست پلی متیل متاکریلات تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت با افزودن ۴۰ درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت، افزایش یافته است [۳۵].

اوکازاکی و همکارش، به یک سیمان با پایه متاکریلات، سه درصد مختلف هیدروکسی آپاتیت با نسبت هیدروکسی آپاتیت به رزین<sup>۱</sup> (Ap/R) افزودند و سختی نوپ<sup>۲</sup>، ضریب انبساط حرارتی، مدول یانگ و استحکام فشاری کامپوزیت‌ها را اندازه‌گیری کردند. نتایج حاصل شده از این آزمایش‌ها، تأثیر مستقیم نسبت آپاتیت به رزین با بهبود فاکتورهای مورد آزمایش را نشان داد [۳۶].

ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌های تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت با توجه به نتایج جدول ۴-۲ با افزایش نسبت آپاتیت به رزین کاهش می‌یابد که به دلیل ضریب انبساط حرارتی پایین پودر هیدروکسی آپاتیت است و پایین بودن این فاکتور، در سیمان‌های دندانپزشکی بسیار مهم می‌باشد. طبق نتایج این مقاله با افزایش نسبت آپاتیت به رزین استحکام فشاری، سختی نوپ و مدول یانگ کامپوزیت به‌طور مداوم افزایش می‌یابد. این افزایش برای استحکام فشاری و سختی نوپ، برای نسبت‌های بالاتر از یک که در این نسبت مقدار رزین و آپاتیت برابر است، با شیب خیلی کم افزایش می‌یابد اما این افزایش برای مدول یانگ برای نسبت‌های بالاتر از یک با شیب ثابت می‌باشد [۳۶].

جدول ۴-۲: ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌های تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت [۳۶]

| Ap/R | ضریب انبساط حرارتی                   |                                      |                                      |
|------|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
|      | 20-30 °C<br>(1/°C) × 10 <sup>6</sup> | 30-40 °C<br>(1/°C) × 10 <sup>6</sup> | 40-50 °C<br>(1/°C) × 10 <sup>6</sup> |
| 0.2  | 64                                   | 66                                   | 80                                   |
| 0.5  | 12                                   | 14                                   | 20                                   |
| 1    | 8                                    | 10                                   | 12                                   |

ام. امر به همراه همکارانش، از آزمون خمش سه نقطه‌ای، به‌منظور بررسی اثر افزودن هیدروکسی آپاتیت بر خواص مکانیکی سیمان پلی متیل متاکریلات استفاده کرد که نشان داده شد که حضور هیدروکسی

<sup>۱</sup> Apatite-Resin Ratio (Ap/R)

<sup>۲</sup> Knoop hardness

آپاتیت می‌تواند استحکام کشش نهایی<sup>۱</sup> پلی متیل متاکریلات را از ۴۴ مگاپاسکال به ۸۳ مگاپاسکال برساند [۳۷].

کیم و همکارانش، یک سیمان استخوانی زیست فعال جدید را تولید کردند که شامل هیدروکسی آپاتیت، پلی متیل متاکریلات و کیتوسان است؛ که نشان داد مقاومت فشاری این سیمان از پلی متیل متاکریلات خالص کمتر بود، که با توجه به تحقیقات مشابه این کاهش مقاومت فشاری را می‌توان به حضور کیتوسان نسبت داد [۳۸].

خواص مکانیکی سیمان پایه آکرلیک تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت توسط سربتسی و همکارانش، مورد مطالعه قرار گرفت و مشخص شد که افزودن هیدروکسی آپاتیت باعث افزایش مقاومت فشاری و عمر خستگی برخلاف استحکام کششی سیمان می‌شود. عمر خستگی یکی از فاکتورهای اساسی در مواد دندانی است، به این دلیل که مواد دندانی در اکثر موارد تحت تنش‌های سیکلی حرارتی و فشاری می‌باشند، از این رو افزایش عمر خستگی می‌تواند تأثیر بسزایی بر عمر ماده داشته باشد [۳۹].

در راستای بررسی خواص مکانیکی نانو کامپوزیت پلی متیل متاکریلات تقویت شده با نانو هیدروکسی آپاتیت، سید مجتبی زبرجد و همکاران، آزمون‌های خمش سه نقطه‌ای، فشار و سایش را انجام دادند. در این مطالعه از پودر آکرلیک و متیل متاکریلات برای تولید پلی متیل متاکریلات به‌عنوان فاز زمینه کامپوزیت استفاده شد. نتایج آزمایش‌های انجام‌شده نشان داد که افزودن هیدروکسی آپاتیت تا ۱۰ درصد وزنی تغییرات خاصی در خواص خمشی ایجاد نکرده و نرخ سایش نمونه‌ها با افزایش درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت کاهش می‌یابد [۴۰]. (شکل ۲-۱)

طبق نتایج آورده شده در جدول ۲-۵ از این مقاله استحکام فشاری و تنش تسلیم کامپوزیت تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت با افزایش درصد وزنی پودر تقویت کننده افزایش می‌یابد. برای به‌دست آوردن استحکام فشاری مواد دندانی اولین افت پیک نمودار تنش کرنش به‌عنوان اولین ترک ایجاد شده

<sup>۱</sup> Ultimate Tensile Strength (UTS)

تلقی می‌شود و بیانگر شکست است و افزایش استحکام پس از آن تأثیری در ثبت نتایج نخواهد داشت، بنابراین با توجه به نتایج جدول ۲-۵ تنش تسلیم را به عنوان استحکام فشاری نهایی نمونه‌ها در نظر می‌گیریم. تغییرات برای مدول یانگ با افزایش درصد پودر تقویت کننده نتیجه عکس داشت و کاهش یافت [۴۰].

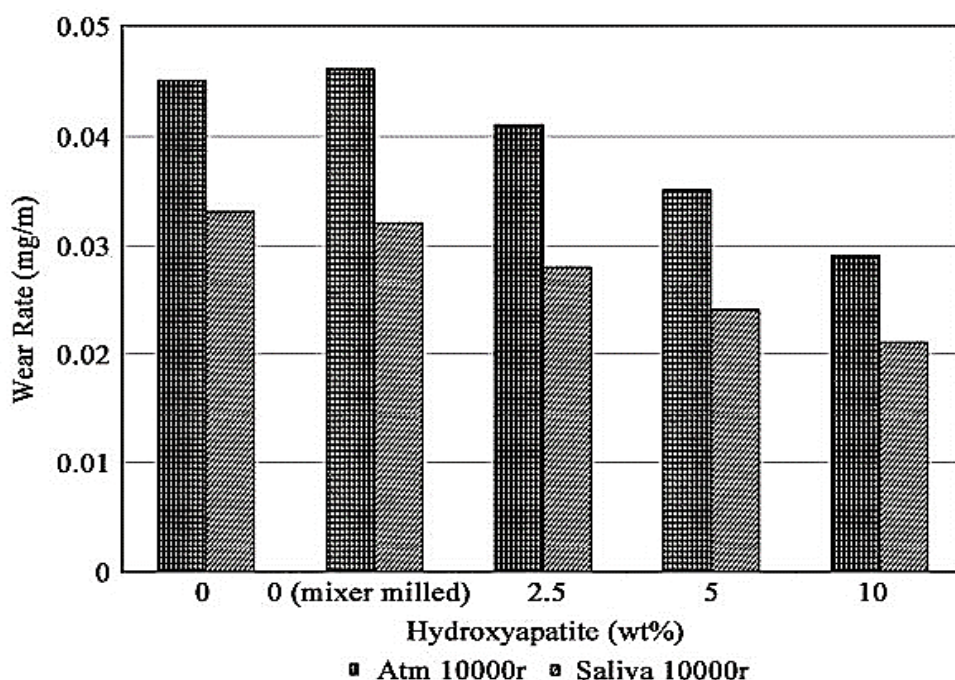
جدول ۲-۵: نتایج آزمون فشار نمونه‌های کامپوزیتی تقویت شده با نانو هیدروکسی آپاتیت [۴۰]

| نمونه     | استحکام فشار (MPa) | مدول یانگ (GPa) | تنش تسلیم (MPa) |
|-----------|--------------------|-----------------|-----------------|
| PMMA neat | ۲۲۲                | ۲۹              | ۱۳۱             |
| PMMA      | ۱۸۸                | ۲۶              | ۹۸              |
| PMMA/5HA  | ۱۸۶                | ۲۶              | ۸۳              |
| PMMA/10HA | ۲۰۳                | ۲۴              | ۸۳              |

جدول ۲-۶: نتایج آزمون خمش سه نقطه‌ای نمونه‌های کامپوزیتی تقویت شده با نانو هیدروکسی آپاتیت [۴۰]

| نمونه     | استحکام خمش (MPa) | مدول یانگ (GPa) |
|-----------|-------------------|-----------------|
| PMMA neat | ۵۹                | ۱/۹             |
| PMMA      | ۶۵                | ۱/۸             |
| PMMA/5HA  | ۶۴                | ۱/۸             |
| PMMA/10HA | ۶۷                | ۱/۹             |

با توجه به نتایج آزمون خمش سه نقطه‌ای که در جدول ۲-۶ آورده شده است این نتیجه حاصل شد که با افزایش درصد وزنی پودر تقویت کننده هیدروکسی آپاتیت استحکام خمشی و مدول یانگ افزایش کمی می‌یابد و این افزایش برای مدول یانگ خیلی محسوس نیست [۴۰].



شکل ۲-۱: نمودار نرخ سایش نمونه‌ها برای آزمون سایش در دو محیط بزاق مصنوعی و هوا [۴۰].

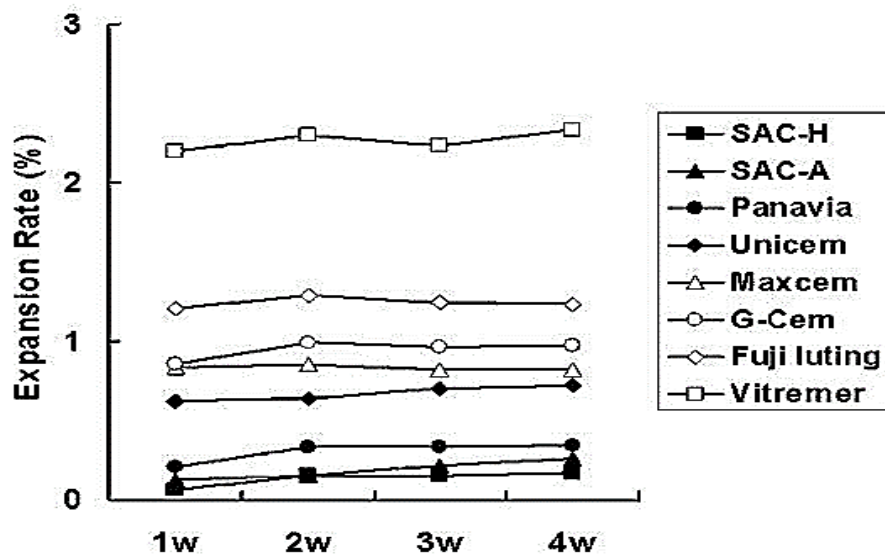
تاکاشی ناکامورا و همکاران، با انجام آزمون‌های استحکام پیوند برشی، استحکام خمشی، مدول الاستیک، جذب آب و انبساط بر اثر ذخیره آب<sup>۱</sup> بر روی چند سیمان رزینی خود چسبنده<sup>۲</sup> و به دست آوردن مقادیر آنها به مقایسه این فاکتورها باهم پرداختند. نتایج به دست آمده نشان داد سیمان پاناویا و یونیسیم<sup>۳</sup> نسبت به سایر سیمان‌ها بهترین خواص مکانیکی و فیزیکی را دار می‌باشند [۴۱].

<sup>۱</sup> Expansion after water storage

<sup>۲</sup> Self adhesive resin cement

<sup>۳</sup> Unicem

طبق نتایج شکل ۲-۲ نمودار نرخ افزایش طول برای سیمان‌های مختلف در طول چهار هفته آورده شده است و سیمان رزینی Panavia جزو سیمان‌ها با کمترین نرخ افزایش طول است که پایین بودن نرخ افزایش طول برای یک ترمیم دندانی مناسب، بسیار فاکتور مهمی می‌باشد، از این جهت که افزایش طول موجب ایجاد ریزش و رشد ترک در مرز بین ماده ترمیمی با دندان خواهد شد [۴۱].



شکل ۲-۲: نمودار نرخ افزایش طول برای سیمان‌های رزینی مورد آزمایش [۴۱].

همچنین در این مقاله با اندازه‌گیری استحکام برشی پیوند سیمان‌های رزینی مختلف بر روی پایه‌های مینا، عاج، آلیاژ طلا و زیرکونیا مشخص شد که سیمان رزینی Panavia نسبت به سایر سیمان‌ها استحکام بالاتری دارد و این به معنی چسبندگی بهتر این سیمان به اجزای دندان و آلیاژهای فلزی می‌باشد. این نتایج بیان داشت، استحکام برشی پیوند این سیمان با پایه مینای دندان مقداری بسیار بالاتر از سایر سیمان‌ها دارد [۴۱].

سانتوس و همکارانش، با ساخت کامپوزیت تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت سطحی شده و بدون عملیات سطحی، به بررسی تأثیر افزودن هیدروکسی آپاتیت بر جذب آب سیمان پایه متاکریلاتی پرداختند و دریافتند که افزودن هیدروکسی آپاتیت، جذب آب را کاهش می‌دهد و کاهش بیشتر برای کامپوزیت تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت سطحی شده بود [۴۲].

رائول آرسیس و همکاران، با ساخت کامپوزیت تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت با دو ساختار نانو و میکرو و عملیات سطحی شده توسط عوامل اتصال مختلف، با دو زمینه سیمان سخت شونده با نور، و انجام آزمون‌های استحکام خمشی و سختی ویکرز به مقایسه این سیمان‌ها با یکدیگر پرداختند. نتایج این تحقیق در شکل‌های ۳-۲ و ۴-۲ و جدول ۷-۲ آورده شده است [۴۳].

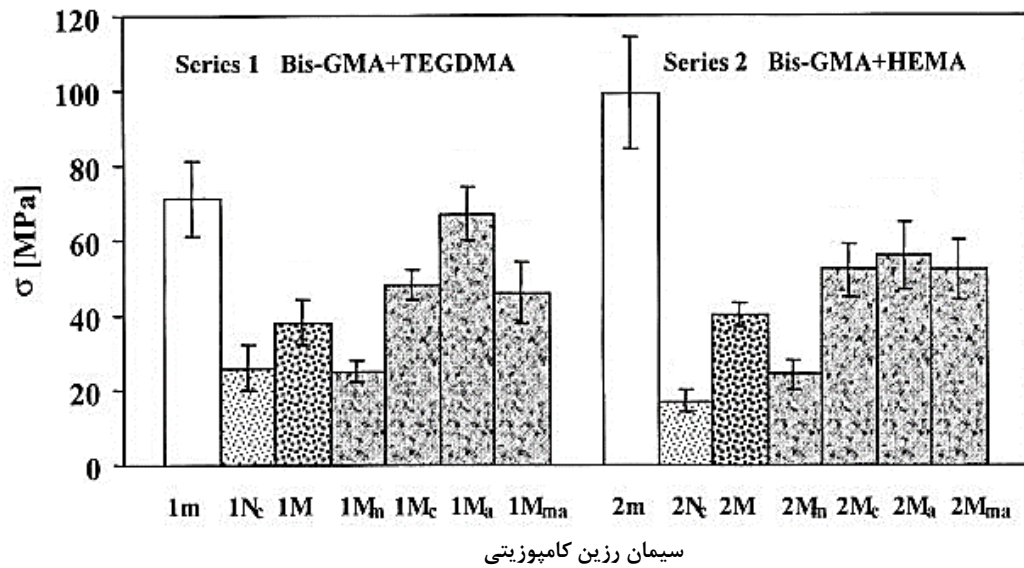
جدول ۷-۲: مشخصات ۱۴ کامپوزیت آزمایشی ساخته شده [۴۳]

| عامل اتصال <sup>۲</sup> | درصد وزنی پودر | فیلر <sup>۱</sup> | پایه زمینه‌های کامپوزیت |                |
|-------------------------|----------------|-------------------|-------------------------|----------------|
|                         |                |                   | سری ۲                   | سری ۱          |
|                         |                |                   | HAp                     | Bis-GMA:TEGDMA |
| -                       | ۰              | -                 | 2m                      | 1m             |
| سیترات سدیم             | ۵۰             | نانومتری          | 2Nc                     | 1Nc            |
| -                       | ۴۰             | میکرومتری         | 2M                      | 1M             |
| اسید مالیک              | ۴۰             | میکرومتری         | 2M                      | 1M             |
| اسید سیتریک             | ۴۰             | میکرومتری         | 2Mc                     | 1Mc            |
| اسید آکرلیک             | ۴۰             | میکرومتری         | 2Ma                     | 1Ma            |
| اسید متاکریلیک          | ۴۰             | میکرومتری         | 2Mma                    | 1Mma           |

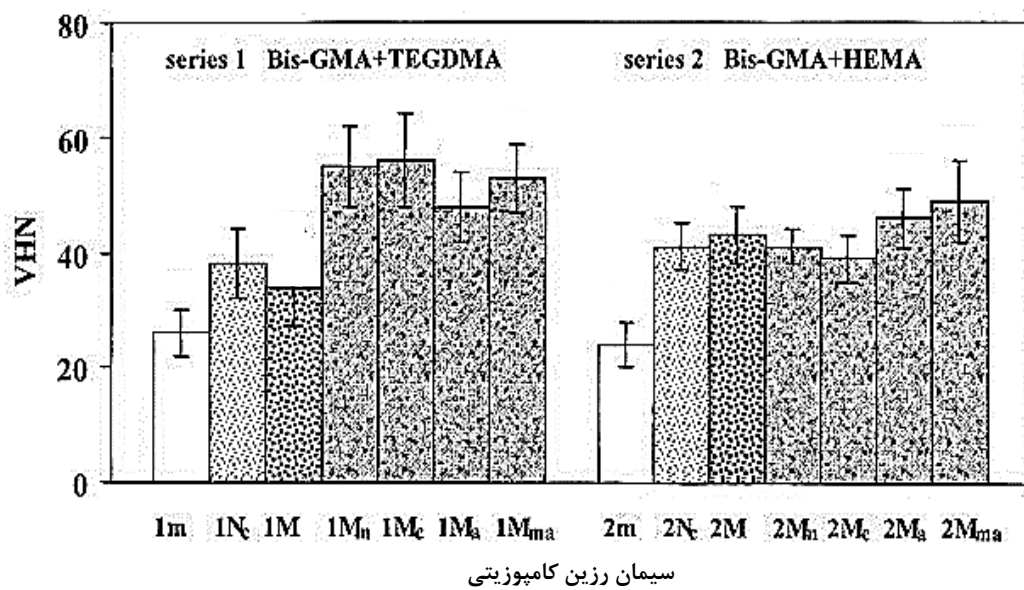
با توجه به نتایج این مقاله و مقایسه مقادیر به دست آمده سختی ویکرز و استحکام خمشی که در شکل‌های ۳-۲ و ۴-۲ آمده است مشخص شد که هر دو پایه سیمان مورد استفاده به عنوان پایه کامپوزیت وقتی با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با عامل اتصال اسید سیتریک تقویت شدند به طور میانگین خواص بالاتری را در مقایسه با کامپوزیت‌های تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با سایر عوامل اتصال داشتند [۴۳].

<sup>۱</sup> Filler

<sup>۲</sup> Coupling agent

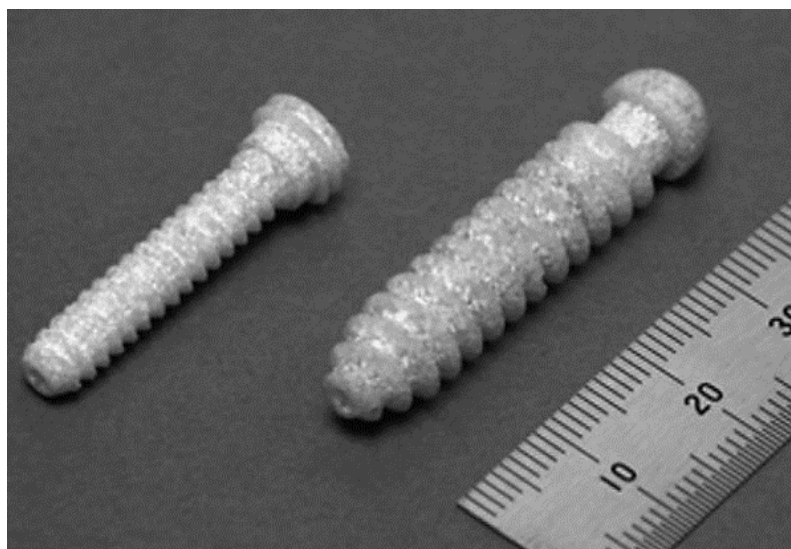


شکل ۲-۳: نمودار مقایسه استحکام خمشی بین ۱۴ کامپوزیت ساخته شده [۴۳].



شکل ۲-۴: نمودار مقایسه سختی ویکرز بین ۱۴ کامپوزیت ساخته شده [۴۳].

هیروشی ایتوکاوا، دالبی و همکارانشان، واکنش استخوان را به کامپوزیت پلی متیل متاکریلات تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت در یک دوره یک ساله مورد بررسی قرار دادند. در این تحقیق سیمان پلی متیل متاکریلاتی با ۳۳ درصد وزنی و پودر هیدروکسی آپاتیت با ۶۷ درصد وزنی، با یکدیگر ترکیب شدند. کامپوزیت تولید شده در قالبی که جهت ساخت ایمپلنت طراحی شده بود، تزریق، و سپس با نوردهی توسط نور مرئی سخت شد [۴۴-۴۶]. (شکل ۲-۵)



شکل ۲-۵: ایمپلنت ساخته شده با کامپوزیت PMMA تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت [۴۴-۴۶].

ایمپلنت ساخته شده درون فک حیوان مورد آزمایش، کار گذاشته شد و به مدت یک سال تغییرات فصل مشترک ایمپلنت با استخوان، مورد بررسی قرار گرفت. در هفته ششم پس از گذاشتن ایمپلنت رشته های بافت استخوان از سطح ایمپلنت رشد کرده بودند و درنهایت پس از یک سال یک دیواره استخوانی کاملاً منسجم در فصل مشترک ایمپلنت با استخوان شکل گرفت [۴۴-۴۶].

سایتو و همکاران، آزمایشی مشابه این تحقیق انجام داد که در آن از ۸۰ درصد وزنی گرانول (ذرات با اندازه ۲ میکرومتر) هیدروکسی آپاتیت جهت ساخت کامپوزیت سیمان پلی متیل متاکریلات تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت، استفاده کرد و نتایجی مشابه حاصل شد. همچنین در این تحقیق استحکام فشاری بین کامپوزیت و بافت استخوانی تشکیل شده محاسبه شد که برابر ۲۶۰ مگاپاسکال (سه برابر استحکام سیمان پلی متیل متاکریلات) بود. نتایج به دست آمده از تحقیق های ذکر شده، اثر هدایت استخوانی<sup>۱</sup> و زیست فعال بودن هیدروکسی آپاتیت و توانایی این ماده جهت تولید بافت زنده پس از ترمیم را نشان داد [۴۷].

<sup>۱</sup> Osteoconductivity



در راستای بررسی تافنس شکست کامپوزیت سیمان تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت، هونگ کو وان ژانگ و همکارش، با ترکیب درصدهای وزنی مختلف از ذرات ویسکر<sup>۱</sup> هیدروکسی آپاتیت با سیمان پایه متاکریلاتی با مونومر Bis-GMA، نمونه‌های مختلفی را تولید کردند و با انجام آزمون بر روی این نمونه‌ها استحکام خمشی، سختی، تافنس و کار تا شکست را با نسبت حجمی تقویت کننده متفاوت مورد بررسی قرار دادند [۴۸].

در این تحقیق به دلیل قابلیت پراکندگی<sup>۲</sup> و تر کنندگی<sup>۳</sup> بالای ذرات ویسکر با سیمان پایه متاکریلاتی، از این نوع ذرات تقویت کننده استفاده شد. همچنین، مکانیزم‌های مختلف چقرمه شدن نظیر خروج فیلر از زمینه<sup>۴</sup> و تغییر فرم پلاستیک در اطراف ذرات ویسکر بر روی عکس‌های میکروسکوپی قابل مشاهده بود [۴۸].

تحقیقات انجام شده بر روی پودر هیدروکسی آپاتیت که به بخشی از آن اشاره شد، همگی بیانگر تأثیر مثبت این پودر در تأمین خصوصیات زیست سازگاری زیست فعالی مناسب، پیوند مستحکم به دندان و همچنین افزایش استحکام کامپوزیت می باشد. ولی به دلیل شکنندگی و ضعف مکانیکی، کاربرد آن به تنهایی مشکلاتی به همراه دارد. با توجه به اتصال مناسب سیمان‌های رزینی به ساختار دندان و توانایی ایجاد پیوند شیمیایی با آن، در صورت بهره‌گیری از خصوصیات مکانیکی و فیزیکی سیمان Panavia F2.0 در اختلاط با هیدروکسی آپاتیت به نظر می‌رسد بتوان از مزایای هر دو ماده به صورت یکجا استفاده کرد. تحقیق حاضر باهدف تعیین اثر ترکیب هیدروکسی آپاتیت با درصد وزنی‌های مختلف، با عامل اتصال و بدون آن، بر میزان استحکام ریزکشی و فشاری سیمان Panavia F2.0 انجام خواهد شد.

---

<sup>۱</sup> Whisker

<sup>۲</sup> Dsipersibility

<sup>۳</sup> Wettability

<sup>۴</sup> Pullout

### فصل ۳ مواد و روش‌های تحقیق

در فصل پیش‌رو به معرفی مواد اولیه و تجهیزات مورد استفاده در ساخت نمونه‌ها، چگونگی تولید آن‌ها و انجام آزمایش‌ها می‌پردازیم.

#### ۳-۱- مواد اولیه مورد استفاده

ماده دندانی که به‌عنوان زمینه کامپوزیت در این تحقیق استفاده شد، سیمان رزینی Panavia F2.0 (Kuraray Medical Inc. Japan) می‌باشد. مشخصات و ترکیبات تشکیل‌دهنده هر یک از این دو جزء خمیری این سیمان در جدول ۳-۱ و ۳-۲ آورده شده است.

جدول ۳-۱: مشخصات اجزاء سیمان Panavia F2.0

| جزء    | شکل ظاهری  | شرکت سازنده         |
|--------|------------|---------------------|
| تیوب A | خمیری_سفید | Kuraray Medical Inc |
| تیوب B | خمیری_سفید | Kuraray Medical Inc |

جدول ۳-۲: ترکیبات تشکیل‌دهنده دو جزء اصلی سیمان Panavia F2.0 [۴۹، ۵۰]

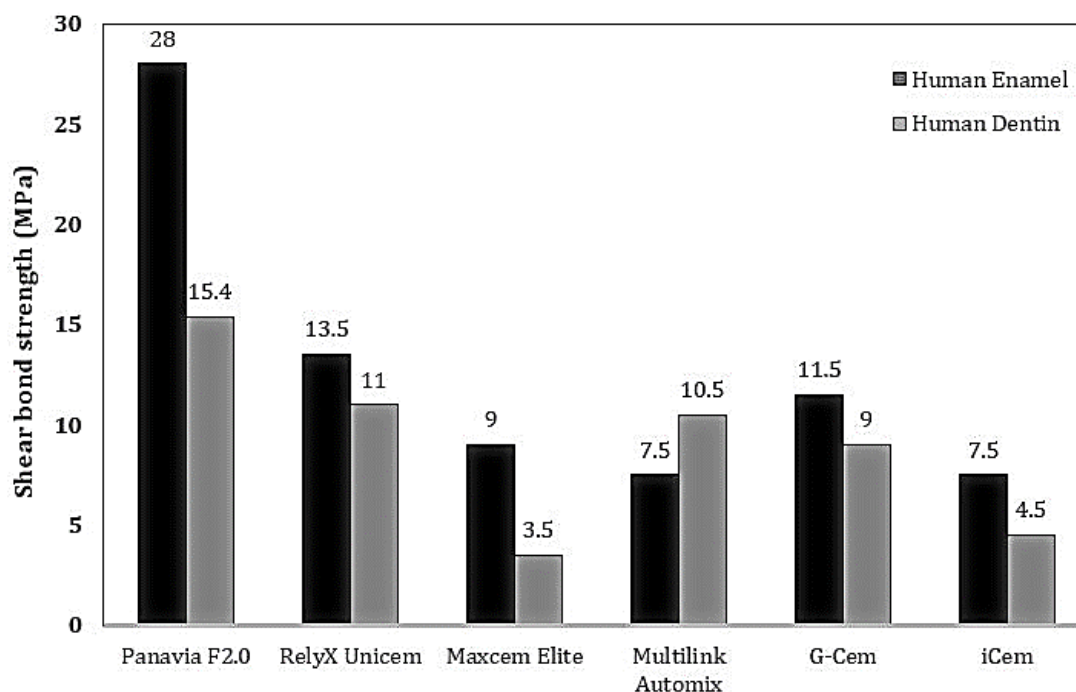
| ترکیبات اجزاء سازنده سیمان پانایا | Paste A                                      | Paste B                              |
|-----------------------------------|----------------------------------------------|--------------------------------------|
|                                   | 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate | Hydrophobic aromatic dimethacrylate  |
|                                   | Hydrophobic aromatic dimethacrylate          | Hydrophobic aliphatic methacrylate   |
|                                   | Hydrophobic aliphatic methacrylate           | Hydrophilic aliphatic dimethacrylate |
|                                   | Hydrophilic aliphatic dimethacrylate         | Silanated barium glass filler        |
|                                   | Silanated silica filler                      | Pigments                             |
|                                   | Silanated colloidal silica                   | Catalysts                            |
|                                   | dl-Camphorquinone                            | Accelerators                         |
|                                   | Catalysts                                    | Others                               |
|                                   | Initiators                                   |                                      |
|                                   | Others                                       |                                      |

نتایج استحکام برشی پیوند بین سیمان Panavia F2.0 با اجزاء دندان و اجزاء ترمیمی در جدول ۳-۳ آورده شده است، نتایج بیانگر استحکام برشی بسیار مناسب نسبت به سایر سیمان‌های مورد استفاده است، مقایسه این نتایج در نمودار شکل ۳-۱ آمده است. از این رو این سیمان نسبت به سایر سیمان‌ها بسیار پرکاربرد بوده و برای استفاده بر هر سه پایه آلیاژ فلزی، سرامیکی و دندان بسیار مناسب‌تر بوده و چسبندگی بهتری را داراست.

جدول ۳-۳: استحکام برشی پیوند بین سیمان Panavia F2.0 با ساختار دندان و مواد ترمیمی [۲۱]

| پایه              | پس از ۲۴ ساعت<br>(مگاپاسکال) | بعد از ۳۰۰۰ سیکل<br>حرارتی (مگاپاسکال) |
|-------------------|------------------------------|----------------------------------------|
| مینا دندان انسان  | ۲۸/۷                         | ۲۸/۰                                   |
| عاج دندان انسان   | ۱۵/۸                         | ۱۵/۴                                   |
| زیرکونیا          | ۴۳/۴                         | ۳۴/۴                                   |
| آلومینا           | ۳۲/۴                         | ۲۸/۴                                   |
| آلیاژ طلا         | ۲۸/۰                         | ۳۲/۳                                   |
| چینی <sup>۱</sup> | ۲۴/۹                         | ۲۵/۷                                   |
| تیتانیوم          | ۳۸/۸                         | ۳۷/۶                                   |

<sup>۱</sup> Porcelain



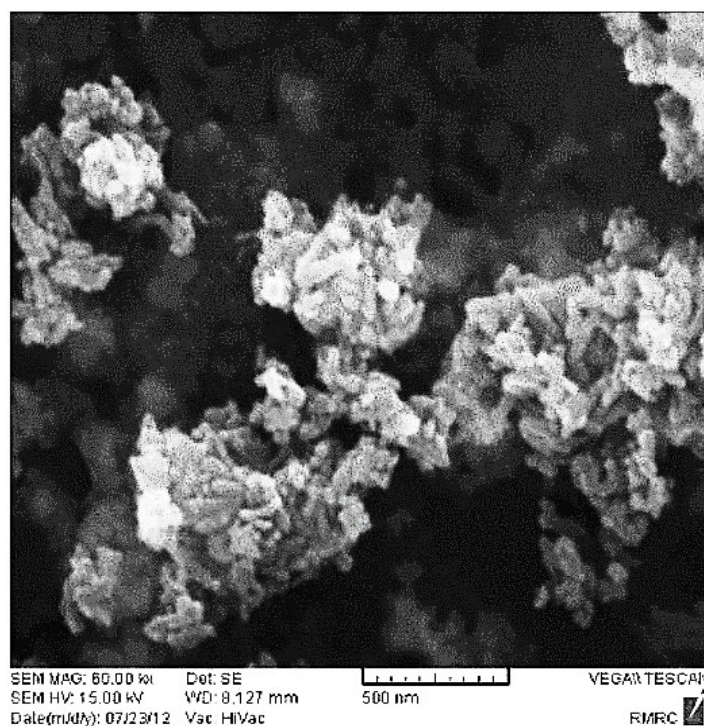
شکل ۳-۱: نمودار استحکام برشی پیوند دندان انسان با سیمان‌های رزینی بعد از ۳۰۰۰ سیکل حرارتی [۲۱].

ماده مورد استفاده برای تقویت سیمان رزینی مورد آزمایش، پودر هیدروکسی آپاتیت (Merck KGaA, Darmstadt, Germany) می‌باشد. در جدول ۳-۴ مشخصات این ماده آورده شده است. ساختار پودر هیدروکسی آپاتیت مورد استفاده در این پژوهش، ساختار نانوذره بود. افزودن ذرات در ابعاد نانومتری سبب کنترل بهتر ریزساختار و درنهایت رسیدن به خواص مطلوب می‌شود. مهم‌ترین ویژگی مواد اولیه نانومتری، میانگین اندازه ذرات خیلی ریز و خلوص بالاست. نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت با ویژگی‌های مشابه استخوان بدن یک ماده مناسب برای پوشش دهی و ترکیب به‌عنوان فاز تقویت‌کننده می‌باشند.

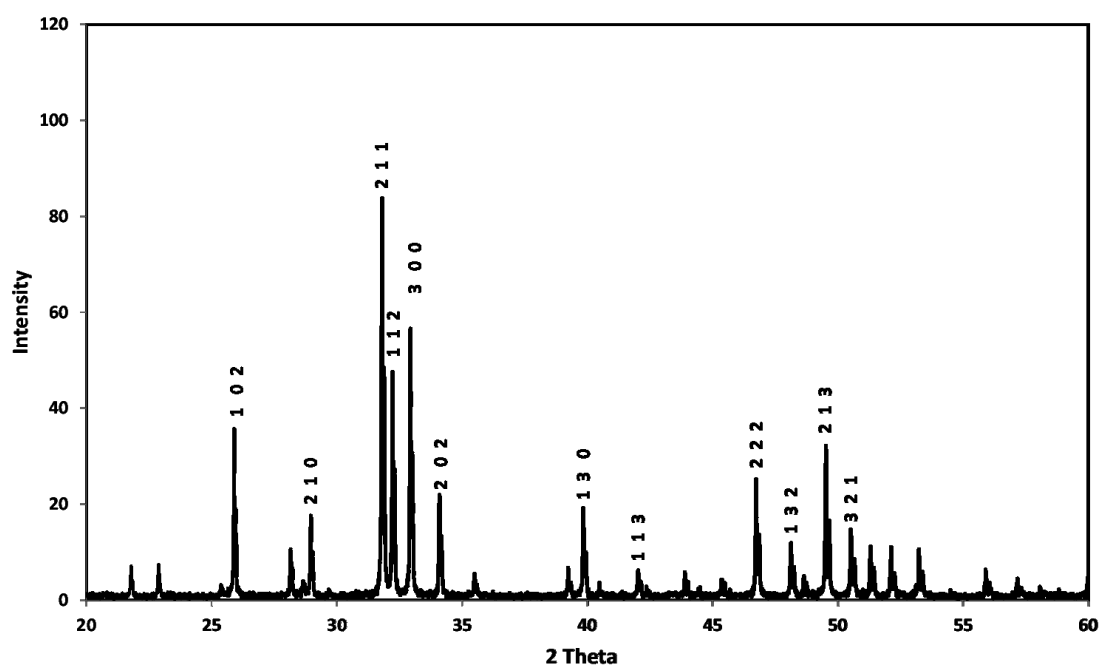
جدول ۳-۴: خصوصیات پودر هیدروکسی آپاتیت

| فرمول شیمیایی                           | شکل ظاهری | ساختار ذرات | شرکت سازنده    | کد ماده |
|-----------------------------------------|-----------|-------------|----------------|---------|
| $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ | پودر سفید | نانو ذره    | Merck, Germany | ۱۰۲۱۹۶  |

عکس میکروسکوپ الکترونی روبشی و آنالیز XRD پودر نانو هیدروکسی آپاتیت استفاده‌شده، در شکل ۳-۲ و ۳-۳ آورده شده است.



شکل ۳-۲: عکس میکروسکوپ الکترونی روبشی مربوط به نانو بلورهای هیدروکسی آپاتیت.



شکل ۳-۳: عکس مربوط به نمودار آنالیز XRD پودر نانو هیدروکسی آپاتیت.

مشخصات مواد مورد استفاده به عنوان عامل اتصال بین پودر تقویت کننده و زمینه در جدول ۳-۵ آورده شده است.

جدول ۳-۵: خصوصیات مواد مورد استفاده به عنوان عامل اتصال

| ماده           | فرمول شیمیایی | شکل ظاهری    | شرکت سازنده    | کد ماده | مولارپته |
|----------------|---------------|--------------|----------------|---------|----------|
| اسید سیتریک    | $C_6H_8O_7$   | محلول بی رنگ | Merck, Germany | ۴۸۰۸۵۵  | ۱ مولار  |
| هیدروکسید سدیم | NaOH          | محلول بی رنگ | Merck, Germany | ۱۳۷۰۴۱  | ۵ مولار  |

در این تحقیق آزمایشگاهی سه آزمون فشار، ریزکشی و ریزسختی<sup>۱</sup> بر روی نمونه‌ها انجام شد. در هر آزمون نمونه‌ها به سه گروه کلی سیمان خالص (نمونه ناظر)، کامپوزیت با فاز تقویت کننده پودر نانو هیدروکسی آپاتیت بدون عامل اتصال و عملیات سطحی شده با عامل اتصال تقسیم شدند.

درصد پودر تقویت کننده برای هر یک از آزمون‌ها شامل سه درصد وزنی بود و برای حذف خطای احتمالی از هر نمونه سه عدد ساخته شد و تعداد نمونه‌ها برای هر یک از آزمون‌های فشار و ریزکشی ۲۱ نمونه بود که گروه اول شامل نمونه ناظر، گروه دوم و سوم با سه درصد وزنی مختلف پودر تقویت کننده بدون عامل اتصال و پودر تقویت کننده عملیات سطحی شده در نظر گرفته شد، همچنین برای انجام آزمون ریزسختی از هر گروه یک نمونه انتخاب شد. در هر یک از مراحل آزمایش برای به دست آوردن خواص هر نمونه، از سه نمونه تهیه شده و با انجام آزمون و گرفتن میانگین بین نتایج آن‌ها خواص ماده به دست آمد.

<sup>۱</sup> Micro-hardness

### ۳-۲- عملیات سطحی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت

برای عملیات سطحی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عوامل اتصال مختلفی وجود دارند که عبارت‌اند از:

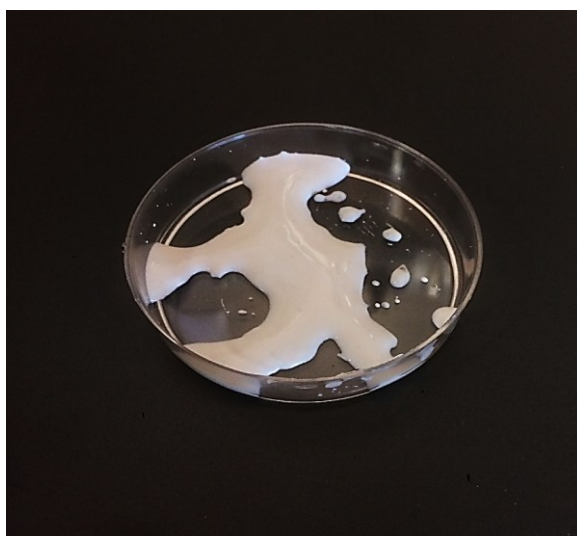
۱. اسید مالیک
۲. اسید سیتریک
۳. اسید آکرلیک
۴. اسید متاکرلیک
۵. سترات سدیم

با مطالعات صورت گرفته و همچنین نتایج مقاله راثول آرسیس و همکاران [۴۳]، اسید سیتریک به دلیل ایجاد خواص مکانیکی بهتر در مقایسه با سایر عوامل اتصال برای عملیات سطحی پودر هیدروکسی آپاتیت انتخاب شد.

ابتدا از اسید سیتریک با فرمول شیمیایی  $C_6H_8O_7$  یک مولار را به غلظت ۰/۲ مولار می‌رسانیم، به این منظور ۱۰۰ سی‌سی اسید سیتریک یک مولار (Merck KGaA, Darmstadt, Germany) را اندازه‌گیری نموده و در یک بشر ریخته، سپس با آب مقطر محلول را به حجم ۵۰۰ سی‌سی رسانده و بر روی همزن مغناطیسی هیتردار گذاشته، به دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد می‌رسانیم. بشر حاوی محلول را روی همزن مغناطیسی هیتردار با دور متوسط و دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد قرار دادیم.

pH این محلول با pH متر مدل (WTW inoLab\_IDS.Multi9420) اندازه‌گیری شد که ۲/۵ را نشان داد، بنابراین توسط محلول هیدروکسید سدیم ۵ مولار (Merck KGaA, Darmstadt, Germany) و به‌وسیله پیپت، pH محلول را به ۶ رساندیم. سپس ۲ گرم پودر نانو هیدروکسی آپاتیت به محلول موردنظر افزودیم.

جهت تکمیل فرایند، محلول آماده شده را به مدت ۷۲ ساعت بر روی همزن مغناطیسی هیتردار با دمای  $80^{\circ}\text{C}$  قراردادیم و روی بشر حاوی محلول، یک لایه فویل آلومینیومی کشیده شد تا از تبخیر شدید آب و تغییر pH محلول جلوگیری شود. همچنین به طور مداوم pH محلول چک شد تا روی عدد ۶ باقی بماند. پس از ۷۲ ساعت محلول در یک لوله آزمایشگاهی دردار ریخته و داخل دستگاه سانتریفیوژ مدل (Noavaran, Universal Centrifuge) به مدت زمان ۴۰ دقیقه با سرعت ۴۰۰۰ دور بر دقیقه قرار داده شد تا پودر از محلول جدا شود. سپس پودر ته نشین شده را توسط اسپاتول بر روی ظرف شیشه‌ای پتری دیش ریخته و برای خشک شدن کامل پودر، داخل دستگاه انکوباتور به مدت زمان ۴۸ ساعت قراردادیم. پس از ۴۸ ساعت پودر خشک شده ضخیم و به هم چسبیده‌ای حاصل گردید که بال میل آن مشکل بود، بنابراین پودر خشک شده را روی دو پتری دیش بزرگ و مسطح گذاشته و به آن آب مقطر اضافه شد تا پودر مجدد حل شود به صورتی که لایه نازکی از پودر سخت شده بر سطح پتری دیش باقی بماند. سپس پتری دیش‌ها به مدت ۴۸ ساعت مجدداً درون دستگاه انکوباتور قرار گرفت تا آب آن کاملاً تبخیر گردد. سپس پودر خشک شده و منسجم توسط فرآیند بال میل، به پودر تبدیل شد. بدین صورت که ابتدا پودر خشک شده توسط اسپاتول از سطح پتری دیش تراشیده و در بشر حاوی توپ‌های پلاستیکی ریخته شد، سپس به مدت زمان ۳۰ دقیقه بر روی همزن مغناطیسی با دور متوسط قرار گرفت تا کاملاً پودر شود.

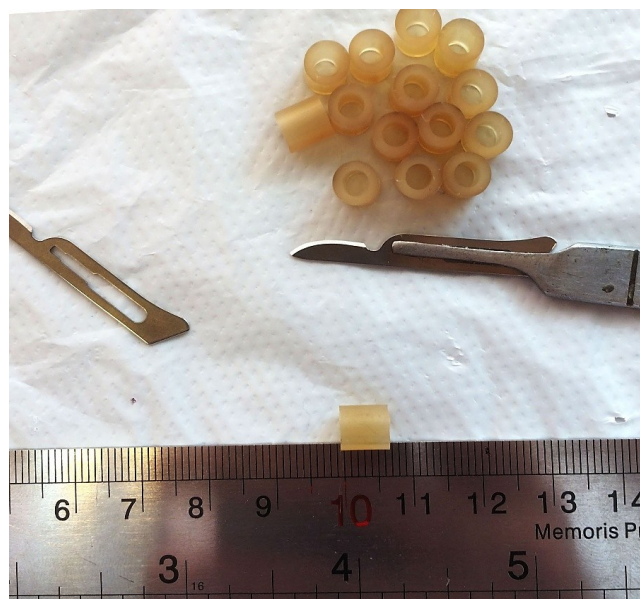


شکل ۳-۴: پودر سانتریفیوژ شده بر روی پتری دیش.



### ۳-۳- استحكام فشاری<sup>۱</sup>

در ابتدا آزمون فشار انجام گرفت و نمونه گروه‌های اول تا سوم آماده‌سازی شدند. برای ساخت قالب آزمون فشار، لوله‌های پلاستیکی شفاف استوانه‌ای را با ابعاد داخلی  $3/7 \times 5/6$  میلی‌متر (نسبت قطر به ارتفاع ۴ به ۶) برش داده و مورد استفاده قرار گرفتند.



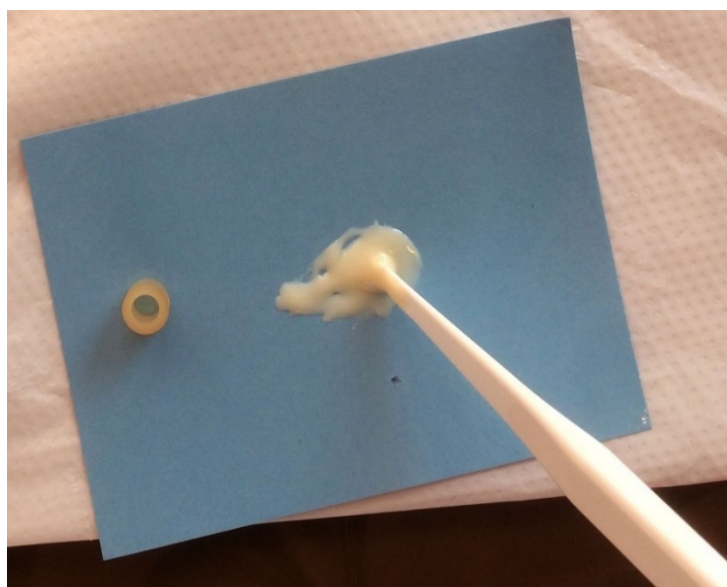
شکل ۳-۵: برش قالب‌های پلاستیکی برای ساخت نمونه آزمون فشار.

### ۳-۳-۱- گروه اول نمونه‌های فشاری

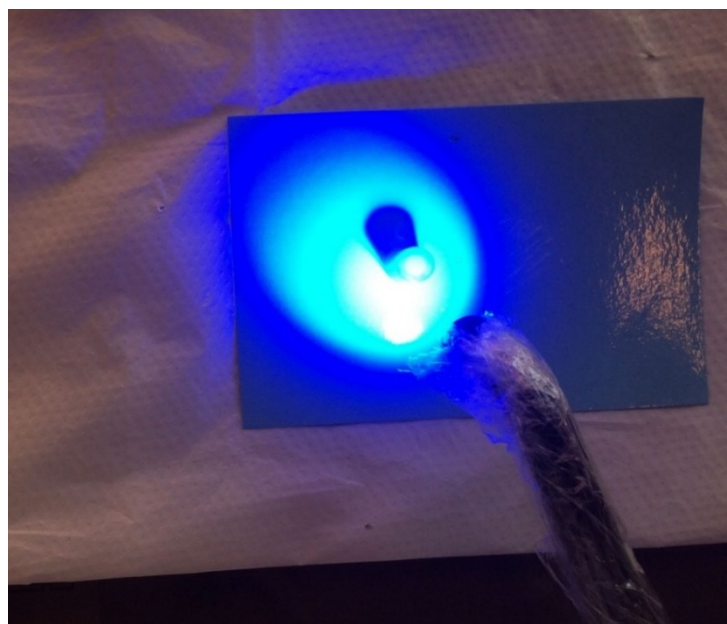
ابتدا نمونه ناظر مورد آزمون قرار گرفت، بدین منظور سیمان طبق دستورالعمل ذکر شده توسط تولیدکننده آماده‌سازی شد. زمان آماده‌سازی سیمان سه دقیقه بود و قالب‌ها طبق دستورالعمل با سیمان پر شدند، سپس دو مقطع قالب توسط گان نوری (SCS JR-CL37) با مد F1 به مدت زمان ۲۰ ثانیه مورد تابش قرار گرفت. پس از تابش، سیمان پلیمریزه و سخت شده به راحتی از قالب پلاستیکی بیرون آورده شد. جهت تکمیل فرایند پلیمریزاسیون قبل از انجام آزمون، نمونه سیمان پلیمریزه و سخت شده را داخل لیوان حاوی بزاق مصنوعی گذاشته و توسط دستگاه انکوباتور (Fine TECH/Shin Saeng) به

<sup>۱</sup> Compressive strength

مدت ۴۸ ساعت با دمای ۳۷ درجه سانتی گراد (دمای بدن) نگهداری شد تا شرایط شیمیایی داخل دهان (pH) روی سیمان اعمال گردد. پس از ۴۸ ساعت، نمونه‌ها از انکوباتور خارج و با آب مقطر شست‌وشو داده شدند.



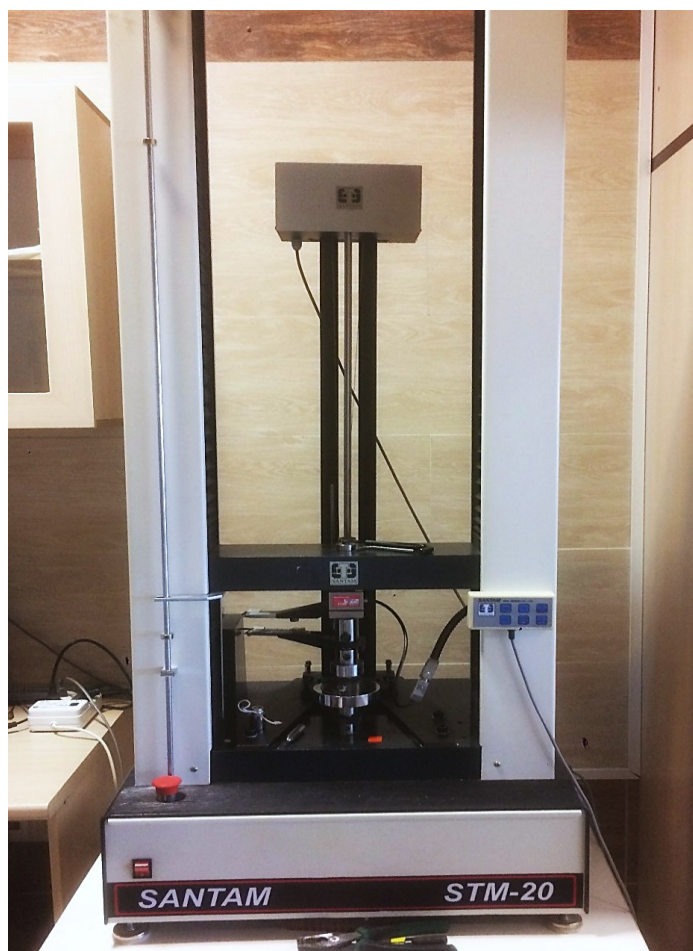
شکل ۳-۶: طریقه آماده‌سازی سیمان توسط اسپاتول.



شکل ۳-۷: نوردهی و پلیمریزه کردن نمونه‌ها توسط گان نوری.

برای دستیابی به صافی سطح مقطع موردنیاز برای انجام آزمون فشار، نمونه‌ها توسط سمباده‌های شماره ۸۰۰ و ۱۲۰۰ پولیش زده شدند.

آزمون فشار توسط دستگاه Universal Testing Machine، مدل (SANTAM STM-20) با سرعت حرکت <sup>۱</sup> ۰/۵ میلی‌متر بر دقیقه صورت گرفت. سپس نمونه‌ها تا ایجاد اولین ترک و مشاهده اولین پیک نزولی نمودار، تحت بارگذاری قرار گرفتند و بدین‌صورت استحکام فشاری نمونه‌ها به دست آمد. در تمام نمونه‌ها شکست، طولی و ترک اغلب از مرکز استوانه به سمت اطراف نمونه کشیده شده بود، در نتیجه نمونه‌ها از وسط به دو نیم تقسیم می‌شدند.



شکل ۳-۸: دستگاه Universal Testing Machine.

<sup>۱</sup> Cross-Head Speed

### ۳-۳-۲- گروه دوم نمونه‌های فشاری

در این گروه پودر نانو هیدروکسی آپاتیت (Merck KGaA, Darmstadt, Germany) با درصدهای وزنی ۱، ۲ و ۴ بدون حضور عامل اتصال به‌عنوان فاز تقویت‌کننده با سیمان ترکیب شدند. برای به دست آوردن درصد وزنی، ابتدا وزن میانگین نمونه ناظر، از طریق توزین نمونه‌های ناظر با ترازوی دیجیتال با دقت سه رقم اعشار به دست آمد، سپس با انجام محاسبات زیر وزن متناسب با درصد وزنی پودر موردنظر به‌دست آمد و توسط ترازوی دیجیتال توزین و جهت ترکیب با سیمان جداسازی شد.

محاسبات وزن پودر موردنیاز:

وزن نمونه ناظر =  $0.120$  گرم

وزن ۱ درصد وزنی پودر موردنیاز =  $0.120 \times 1\% = 0.0012$  گرم  $3 \times$  نمونه =  $0.004$  گرم

وزن ۲ درصد وزنی پودر موردنیاز =  $0.120 \times 2\% = 0.0024$  گرم  $3 \times$  نمونه =  $0.008$  گرم

وزن ۴ درصد وزنی پودر موردنیاز =  $0.120 \times 4\% = 0.0048$  گرم  $3 \times$  نمونه =  $0.015$  گرم

پس از جدا کردن وزن متناسب با درصد وزنی هر یک از درصدهای مورد آزمایش، پودر موردنظر با مقدار وزنی مشخص که از آزمایش مرحله اول برای ساخت نمونه ناظر به‌دست آورده بودیم را به‌صورت دستی ترکیب نموده و کامپوزیت را با اسپاتول به‌صورت عرضی و طولی و همین‌طور از بالا به پایین و از پایین به بالا مخلوط می‌کنیم تا ترکیب تقریباً همگنی حاصل شود (زمان کاری طبق دستورالعمل آماده‌سازی باید رعایت گردد). سپس مخلوط را درون قالب‌های آماده‌شده از مرحله قبل ریخته و مشابه مرحله قبل با مدت‌زمان و حالت یکسان، جهت پلیمریزه شدن نوردهی گردید. پس از سخت شدن، نمونه‌ها را از قالب جدا نموده و داخل لیوان حاوی بزاق مصنوعی گذاشته سپس توسط دستگاه انکوباتور به مدت ۴۸ ساعت با دمای ۳۷ درجه سانتی‌گراد (دمای بدن) نگهداری شد. پس از ۴۸ ساعت نمونه‌ها مشابه مرحله قبل از انکوباتور خارج گردید و پس از پولیش مقاطع آن، نمونه‌ها برای انجام آزمون فشار آماده‌سازی

شدند. مشابه مرحله قبل برای هر درصد وزنی سه نمونه موجود می‌باشد، بنابراین سه استحکام فشار به‌دست آمد که میانگین آن‌ها، استحکام فشاری کامپوزیت را برای درصد وزنی پودر تقویت‌کننده موردنظر، به ما نشان می‌دهد. برای ۳ درصد وزنی مختلف مورد آزمایش مراحل مخلوط‌سازی پودر و سیمان و انجام آزمون مشابه می‌باشد. در این مرحله نیز مشابه مرحله قبل شکست‌ها از مرکز نمونه‌ها و به‌صورت طولی صورت گرفته بود.

### ۳-۳-۳- گروه سوم نمونه‌های فشاری

در مرحله سوم از پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با عامل اتصال اسید سیتریک با سه درصد وزنی مشابه مرحله قبل یعنی ۱، ۲ و ۴ استفاده شد. پس از عملیات سطحی پودر با اسید سیتریک، میزان پودر عملیات سطحی شده مطابق با سه درصد وزنی مورد آزمون توسط ترازوی دقت بالا وزن گردید و برای ترکیب با سیمان جداسازی شد. تمام مراحل توزین، ترکیب و مخلوط‌سازی پودر با سیمان مطابق مرحله قبل انجام شد و نمونه‌ها پس از اختلاط و قالب‌گیری، جهت فرآیند پلیمریزاسیون، نوردهی شدند. سپس نمونه‌ها با ۲ شماره سمباده ۸۰۰ و ۱۰۰۰ طبق مراحل قبل، پولیش داده شدند و برای انجام آزمون فشار داخل دستگاه قرار گرفتند. برای هر درصد وزنی از پودر تقویت‌کننده استحکام فشاری میانگین به‌دست آورده شد.

محل شکست نمونه‌ها همانند مراحل قبل نبود، ترک‌ها از محیط نمونه شروع می‌شدند ولی مسیر رشد ترک‌ها مستقیم نبود و تغییر مسیر رشد ترک به‌وضوح قابل‌مشاهده بود. علاوه بر این، پس از اولین ترک و توقف بارگذاری نمونه باوجود ترک متلاشی نمی‌شد، همچنین نه‌تنها فرم اولیه خود را حفظ می‌کرد بلکه قادر به تحمل بار بیشتری هم بود؛ اما به این دلیل که اولین افت پیک استحکام فشاری در حین انجام آزمون به‌منظور شکست قطعه در نظر گرفته می‌شد، از ادامه آزمون و به‌دست آوردن استحکام ثانویه جلوگیری به‌عمل آمد.

### ۳-۴- استحکام ریزکشی<sup>۱</sup>

هدف از افزودن پودر نانو هیدروکسی آپاتیت به سیمان افزایش استحکام و تافنس سیمان می‌باشد، از طرفی اتصال فصل مشترک<sup>۲</sup> بین پودر و سیمان از نوع مکانیکی است که انتظار می‌رود با انجام عملیات سطحی بر روی پودر تقویت‌کننده، علاوه بر اتصال مکانیکی، اتصال شیمیایی در فصل مشترک سیمان و پودر برقرار شود.

در آزمون ریزکشی تأثیر برقراری اتصال شیمیایی در فصل مشترک پودر و سیمان در مقایسه با نمونه ناظر و نمونه تقویت شده با پودر بدون پوشش تا حدی قابل مشاهده است. از سوی دیگر نیروی وارد شده به دندان به دلیل هموار نبودن سطح آن، نیروی وارد شده به دو نیروی فشاری و کششی تقسیم می‌شود و بخشی از نیرو به صورت نیروی کششی به ماده ترمیمی وارد خواهد شد. بنابراین با توجه به استحکام فاز تقویت‌کننده انتظار می‌رود، با افزایش درصد پودر نانو هیدروکسی آپاتیت در دو حالت عملیات سطحی شده با عامل اتصال اسید سیتریک و بدون عامل اتصال، شاهد افزایش استحکام نمونه‌ها باشیم.

برای دستیابی به آزمایش‌های دقیق با نتایج قابل قبول‌تر، آزمون‌های میکرو<sup>۳</sup> توسط Sano و همکاران (۱۹۹۴) ابداع و طراحی شدند. با پیشرفت این آزمایش‌ها، قابلیت اندازه‌گیری استحکام کششی و برشی در نمونه‌هایی با سطح مقطع ۰/۵ میلی‌متر مربع نیز فراهم شد. در این آزمایش‌ها نمونه در ابعاد کوچک‌تر با سطح مقطع حداکثر ۱ میلی‌متر مربع برش داده شده و آزمایش‌های ریزبرشی<sup>۴</sup> و ریزکشی روی نمونه برش خورده انجام می‌شود [۵۱].

<sup>۱</sup> microtensile strength

<sup>۲</sup> Interface

<sup>۳</sup> micro

<sup>۴</sup> microshear

ابعاد نمونه‌های ریزکشی  $1 \times 1 \times 10$  میلی‌متر است و به دلیل کم بودن ابعاد نمونه‌ها و جلوگیری از حضور حباب در بین کامپوزیت که در ساخت نمونه‌ها با سایز کوچک به وجود می‌آید، ابعاد قالب بزرگ‌تر از نمونه در نظر گرفته شد و پس از پلیمریزه شدن نمونه‌ها به ابعاد موردنظر برش داده شد.

برای آماده‌سازی قالب ساخت نمونه‌های این آزمون از قالب‌های ساخته‌شده توسط پرینتر سه‌بعدی با ابعاد داخلی  $2 \times 5 \times 10$  میلی‌متر استفاده شد.



شکل ۳-۹: قالب‌های ساخته‌شده توسط پرینتر سه‌بعدی.

در این آزمون نیز همانند آزمون فشار سه گروه در نظر گرفته شد.

گروه اول، ساخت و آزمون نمونه ناظر (نمونه سیمان خالص).

گروه دوم، ساخت کامپوزیت تقویت شده با پودر نانو هیدروکسی آپاتیت و انجام آزمون.

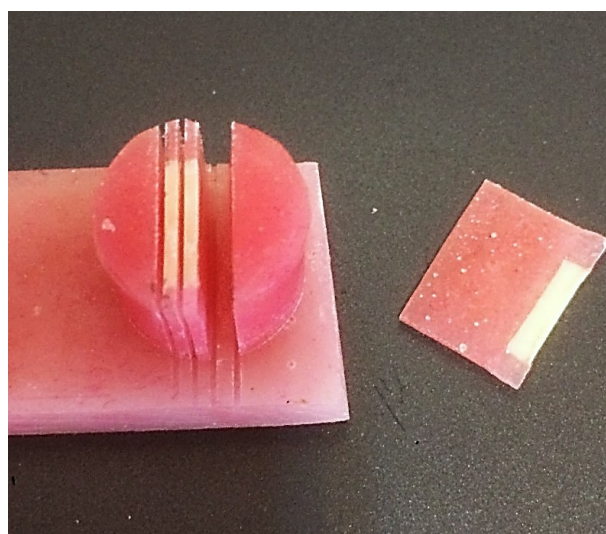
گروه سوم، ساخت کامپوزیت تقویت شده با پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با عامل اتصال اسید سیتریک و انجام آزمون.



### ۳-۴-۱- گروه اول نمونه‌های ریزکشی

در مرحله اول، ابتدا طبق دستورالعمل شرکت سازنده، در مدت زمان کاری تعیین شده سیمان آماده شد، سپس سیمان توسط اسپاتول داخل قالب مورد نظر جایگذاری شد و به وسیله گان نوری در دو مرحله، یکبار از زیر و یکبار از بالا هر بار به مدت ۲۰ ثانیه (طبق دستورالعمل سازنده) تحت تابش قرار گرفت. پس از پلیمریزه شدن مواد، نمونه از قالب خارج شده و به مدت زمان ۴۸ ساعت در لیوان حاوی بزاق مصنوعی، در دستگاه انکوباتور با دمای ۳۷ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت. پس از مدت زمان ذکر شده نمونه از دستگاه انکوباتور خارج و با آب مقطر شستشو داده شد.

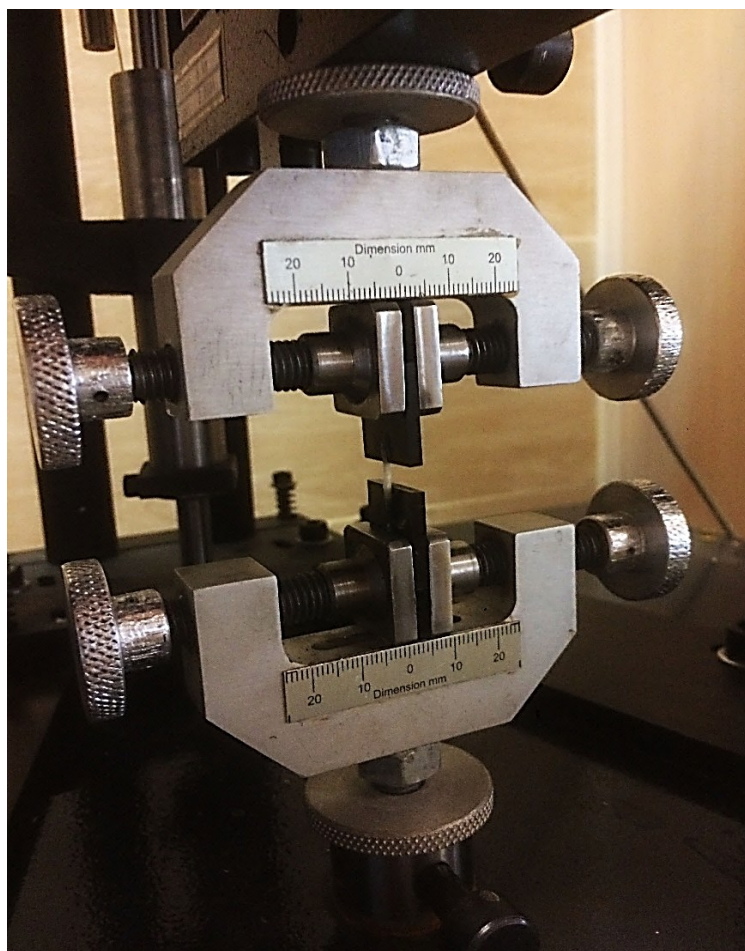
در مرحله بعدی می‌بایست نمونه خارج شده از قالب به سه نمونه به اندازه  $1 \times 1 \times 10$  میلی‌متر تقسیم می‌شد تا به ابعاد مورد نیاز برای انجام آزمون ریزکشی برسد. نمونه‌ها در ابتدا توسط اکریل مانت شده و سپس توسط کاتر بریده شدند، برای برش نمونه‌ها از دستگاه کاتری که برش‌هایی با ضخامت  $0.3$  میلی‌متر ایجاد می‌کرد استفاده شد و سه نمونه با سرعت پایین برش داده شدند. پس از برش نمونه‌ها، آن‌ها را مجدداً به مدت ۴۸ ساعت درون بزاق مصنوعی و داخل دستگاه انکوباتور با دمای ۳۷ درجه سانتی‌گراد قرار دادیم. از این رو که امکان بسته شدن مستقیم نمونه‌ها بر روی فک دستگاه نبود، به همین دلیل از صفحات پلکسی با ابعاد  $20 \times 20$  میلی‌متر استفاده شد.



شکل ۳-۱۰: نمونه مانت شده پس از برش با کاتر.



بر روی این صفحات، توسط برش لیزر شیاری با ابعاد  $4 \times 2$  میلی‌متر با عمق ۱ میلی‌متر ایجاد شد تا نمونه‌ها برای سوارشدن بر روی دستگاه کشش، از دو طرف درون این شیارها قرار گرفته و پس از آن با چسب فوری Mitreapel 200 ml که شامل چسب و اسپری شتاب‌دهنده بود، دو سر آن به صفحات پلکسی چسبانیده شدند. در ادامه صفحات پلکسی برای انجام آزمون ریزکشش نمونه‌ها بر روی دستگاه مدل (Universal Testing Machine (SATNAM STM-20 سوار شدند.



شکل ۳-۱۱: نمونه آزمون کشش بسته‌شده روی دستگاه جهت بارگذاری.

سپس آزمون بر روی نمونه‌ها با سرعت حرکت  $0.3$  میلی‌متر بر دقیقه صورت گرفت و تا جدایش کامل نمونه بارگذاری ادامه یافت و استحکام ماکزیمم نمونه‌ها ثبت شد. بدین ترتیب با گرفتن میانگین بین استحکام نمونه‌ها، استحکام میانگین نمونه ناظر حاصل گردید. شکست در این نمونه‌ها عمدتاً در نزدیکی صفحه پلکسی و به صورت شکست ترد اتفاق افتاد.

### ۳-۴-۲- گروه دوم نمونه‌های ریزکشی

در مرحله دوم آزمایش از پودر نانو هیدروکسی آپاتیت استفاده شد. سه درصد مختلف ۱، ۲ و ۴ درصد وزنی از پودر در هر گروه به سیمان اضافه شد. مطابق روش قبل نمونه ناظر با ترازوی دقت بالا با دقت ۰/۰۰۱ گرم، وزن شد و با انجام محاسبات زیر درصد وزنی موردنیاز برای هر گروه جداسازی شد.

محاسبات مربوط به درصد وزنی پودر تقویت کننده:

وزن نمونه ناظر = ۰/۲۲۱ گرم

وزن ۱ درصد وزنی پودر موردنیاز =  $۰/۲۲۱ \times ۱\% = ۰/۰۰۲$  گرم

وزن ۲ درصد وزنی پودر موردنیاز =  $۰/۲۲۱ \times ۲\% = ۰/۰۰۴$  گرم

وزن ۴ درصد وزنی پودر موردنیاز =  $۰/۲۲۱ \times ۴\% = ۰/۰۰۸$  گرم

پس از انجام محاسبات، وزن موردنیاز برای هر گروه از سه درصد وزنی اندازه‌گیری و جدا شد. سیمان Panavia F2.0 (Kuraray Medical Inc, Japan) به میزان اندازه‌گیری شده در مرحله قبل (ساخت نمونه ناظر) از دو تیوب A و B بر روی صفحه مخلوط‌سازی ریخته شد، پودر متناسب با درصد وزنی هر گروه به سیمان اضافه شد و با در نظر گرفتن زمان کاری تعیین‌شده از سوی شرکت تولیدکننده، کامپوزیت توسط اسپاتول مخلوط گردید. سپس مخلوط حاضر را در قالب آماده‌شده برای آزمون کشش ریخته و توسط ابزار دمپر برای جلوگیری از ایجاد حباب‌های ناخواسته (به دلیل نازک بودن سطح مقطع قالب) در کامپوزیت، هم‌زمان با پر کردن قالب، فشرده‌سازی صورت گرفت.

پس از اطمینان از پر شدن قالب توسط کامپوزیت، به‌وسیله گان نوری از دو سر آزاد قالب به مدت زمان ۲۰ ثانیه از هر سر مورد تابش قرار گرفت و پلیمریزه شد. پس از پلیمریزه شدن، نمونه از قالب خارج شد و در لیوان حاوی بزاق مصنوعی به مدت ۴۸ ساعت در دستگاه انکوباتور با دمای ۳۷ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت.

برای درصد وزنی‌های دیگر نیز مشابه همین روش نمونه‌ها آماده‌سازی و جهت تکمیل فرآیند پلیمریزاسیون به مدت ۴۸ ساعت در لیوان حاوی بزاق مصنوعی و داخل دستگاه انکوباتور قرار گرفت. پس از ۴۸ ساعت نمونه‌ها از دستگاه انکوباتور خارج و با آب مقطر شسته شد. سپس نمونه‌ها با دستگاه کاتر به ابعاد مشخص شده برای انجام آزمون بریده شدند و مجدداً به مدت ۴۸ ساعت درون بزاق مصنوعی، داخل دستگاه انکوباتور با دمای ذکر شده قرار گرفتند. پس از آن نمونه‌ها شسته شده و به صفحات پلکسی چسبانده شد. در آخر نمونه‌ها به همراه صفحات پلکسی بر روی دستگاه Universal Testing Machine (SANTAM STM-20) بسته شدند و تا شکست نمونه‌ها ادامه یافت، بنابراین استحکام نهایی برای هر یک از نمونه‌ها حاصل گردید. شکست نمونه‌ها اغلب از نزدیکی صفحه پلکسی و از نوع شکست ترد بود.

### ۳-۴-۳- گروه سوم نمونه‌های ریزکشی

برای انجام مرحله نهایی آزمون، سه درصد وزنی پودر تقویت‌کننده عملیات سطحی شده با عامل اتصال (اسید سیتریک) به سیمان اضافه شد. پودر عملیات سطحی شده که روش ساخت آن در مراحل انجام آزمون فشار توضیح داده شد به میزان موردنیاز برای هر درصد وزنی همانند مرحله قبل با همان وزن برای هر درصد وزنی با ترازوی دیجیتالی اندازه‌گیری و جهت مخلوط شدن با سیمان جداسازی شد. همانند مراحل قبل سایر نمونه‌ها نیز به همین ترتیب آماده شد و آزمون ریزکشی با سرعتی مشابه سایر گروه‌ها بر روی نمونه‌ها انجام گرفت و استحکام نهایی برای هر یک حاصل گردید.

در نمونه‌های تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک، محل شکست نمونه‌ها مشابه نمونه‌های تقویت شده با پودر عملیات سطحی نشده، نبود و برخلاف نمونه‌های گروه قبل، این بار شکست در اغلب نمونه‌ها از مرکز اتفاق افتاده بود.

### ۳-۵- ریز سختی

برای اندازه‌گیری ریز سختی از دستگاه میکرو سختی سنج Bareiss D-89610 استفاده شد. اساس کار این دستگاه به این صورت است که به وسیله یک فرورونده که از نوع هرم مربع القاعده با زاویه رأس ۱۳۶ است، با بار نیم کیلوگرم در مدت ۱۰ ثانیه به سطح نمونه اعمال می‌شود. پس از پایان اعمال نیرو، به وسیله میکروسکوپ دستگاه محل اثر نیروی اعمال شده که به شکل مربعی درآمده اندازه‌گیری شده و بر مبنای آن سختی ویکرز نمونه‌ها به دست می‌آید. شکل ۳-۱۲ دستگاه میکرو سختی سنج را نشان می‌دهد.

به این منظور، جهت آماده‌سازی نمونه‌ها از هر گروه یک نمونه انتخاب شد و توسط مانت سرد قالب‌گیری و پس از آن برای دستیابی به سطح صاف و بدون خش، طی چند مرحله سمباده‌زنی و پولیش انجام گرفت. پس از قرارگیری نمونه‌ها در زیر دستگاه، سختی سه نقطه مختلف از هر نمونه اندازه‌گیری شد و میانگین آن به دست آمد.



شکل ۳-۱۲: دستگاه میکرو سختی سنج.

### ۳-۶- محدودیت‌های حین انجام کار

محدودیت عمده تحقیق را می‌توان سختی کار، دقت بالا در برش نمونه‌های ریزکشی و رساندن نمونه‌ها به سایز  $10 \times 1 \times 1$  میلی‌متر دانست، از این جهت که نمونه‌ها به دلیل نازک بودن با کوچک‌ترین نیروی خمشی دچار شکست می‌شدند. بنابراین در مرحله برش و مرحله قرارگیری نمونه‌ها در دستگاه آزمون، می‌بایست دقت بسیار بالایی به خرج داد تا به نمونه‌ها بار خمشی وارد نشود.

آسیاب کردن پودر عملیات سطحی شده از موارد زمان‌بر بود که دقت زیادی نیاز داشت. به گونه‌ای که در آن ذرات بر اثر سایش و فشار آگلومره می‌شدند.

سیمان مورد آزمایش در این تحقیق، از نوع رزینی با مواد اولیه خمیری-خمیری بود که با افزایش درصد وزنی پودر تقویت‌کننده اختلاط آن سخت‌تر می‌شد و امکان دستیابی به ساختار همگن پس از اختلاط بسیار دشوار بود؛ زیرا برای دستیابی به ساختاری همگن می‌بایست پودر به خوبی با سیمان خمیری مخلوط می‌شد.

همچنین با افزایش درصد پودر، از یک‌سو سیمان سفت‌تر می‌شد و اختلاط سخت‌تر و از سوی دیگر هم زدن بیشتری نیاز بود تا پودر به صورت همگن در ساختار، مخلوط شود و از طرفی هم زدن بیشتر تخلخل‌های ایجادشده را به صورت قابل ملاحظه‌ای افزایش می‌داد.

از محدودیت‌های دیگر می‌توان، زمان کاری کم برای سیمان که فقط محدود به ۳ دقیقه بود یاد کرد که کار اختلاط سیمان با ذرات پودر هیدروکسی آپاتیت را بسیار سخت‌تر هم می‌کرد.

در آخر می‌توان از هزینه بالای مواد اولیه موردنیاز و همچنین آزمون‌های مرتبط با تحقیق به عنوان محدودیت اصلی تحقیق یاد کرد.

## فصل ۴ نتایج و بحث

با توجه به اتصال مناسب سیمان‌های رزینی به ساختار دندان و توانایی ایجاد پیوند شیمیایی با آن، این نوع از سیمان کاربرد رو به گسترشی را در استفاده‌های دندانپزشکی داراست. علاوه بر این، استفاده از ذرات هیدروکسی آپاتیت در پزشکی، به دلیل خواص زیست فعالی مناسب، رو به گسترش است.

در این تحقیق، اثرات افزودن پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده توسط عامل اتصال اسید سیتریک و بدون پوشش بر استحکام فشاری و ریزکشی سیمان رزین کامپوزیتی Panavia F2.0 (Kuraray Medical Inc, Japan) مورد بررسی قرار گرفت.

### ۴-۱- نتایج

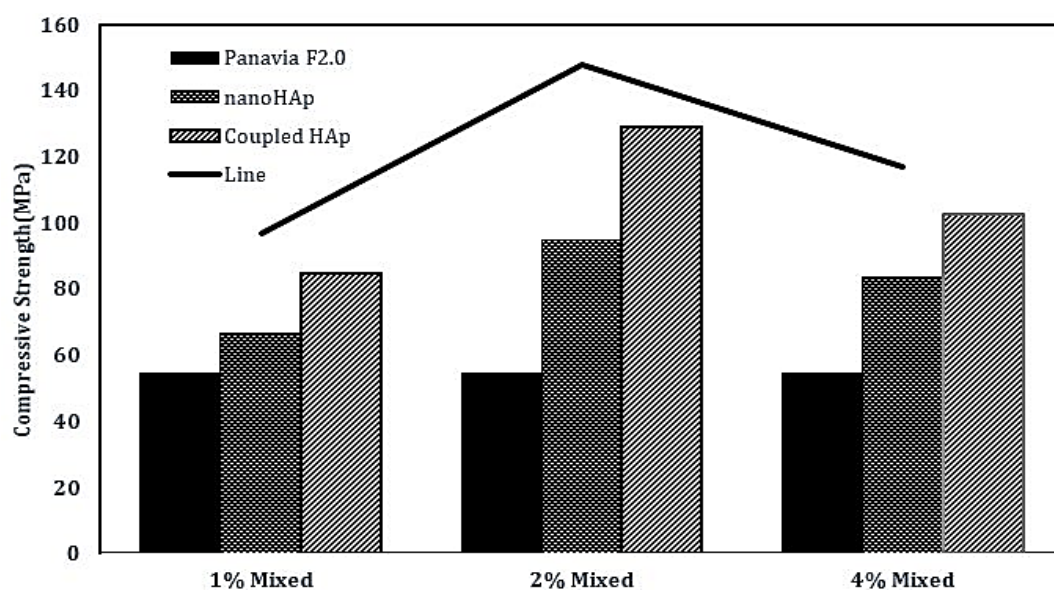
طبق نتایج تحقیق حاضر، در مرحله آزمون فشار، میزان میانگین استحکام فشاری در گروه سیمان پانویا خالص ۵۴/۶ مگاپاسکال، در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت ۶۶/۶ مگاپاسکال، در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت ۹۴/۷

مگاپاسکال، در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت ۸۳/۵ مگاپاسکال برآورد شد.

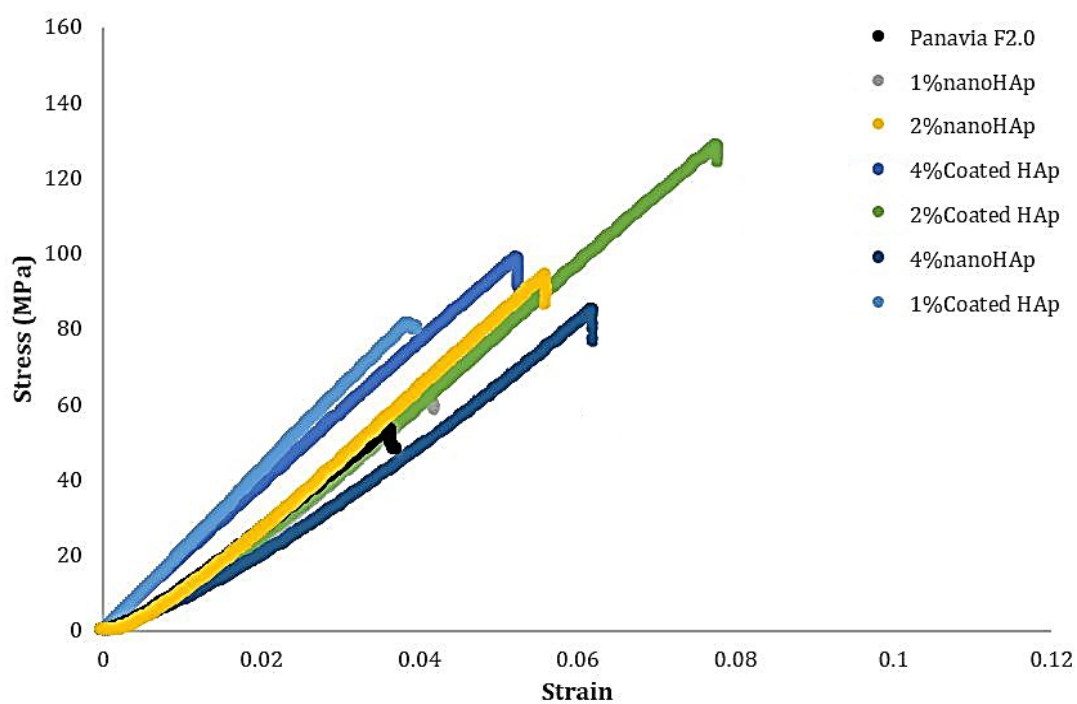
همچنین برای گروه‌های تقویت شده با پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده ۸۴/۶ مگاپاسکال، در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده ۱۲۹/۲ مگاپاسکال و در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده ۱۰۲/۵ مگاپاسکال برآورد گردید (جدول ۴-۱ و شکل ۴-۱).

جدول ۴-۱: نتایج آزمون فشار برای گروه‌های مورد آزمایش

| گروه                                                      | استحکام فشاری min (MPa) | استحکام فشاری max (MPa) | میانگین استحکام فشاری (MPa) |
|-----------------------------------------------------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------------|
| سیمان پانویا                                              | ۵۳/۱                    | ۵۶/۱                    | ۵۴/۶                        |
| کامپوزیت ۱ درصد وزنی نانو هیدروکسی آپاتیت                 | ۵۸/۶                    | ۷۹/۷                    | ۶۶/۶                        |
| کامپوزیت ۲ درصد وزنی نانو هیدروکسی آپاتیت                 | ۸۹/۷                    | ۱۰۰/۵                   | ۹۴/۷                        |
| کامپوزیت ۴ درصد وزنی نانو هیدروکسی آپاتیت                 | ۸۰/۹                    | ۸۵                      | ۸۳/۵                        |
| کامپوزیت ۱ درصد وزنی نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده | ۸۱/۱                    | ۸۹/۲                    | ۸۴/۶                        |
| کامپوزیت ۲ درصد وزنی نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده | ۱۱۹/۲                   | ۱۴۰/۱                   | ۱۲۹/۲                       |
| کامپوزیت ۴ درصد وزنی نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده | ۹۶/۱                    | ۱۱۲/۸                   | ۱۰۲/۵                       |

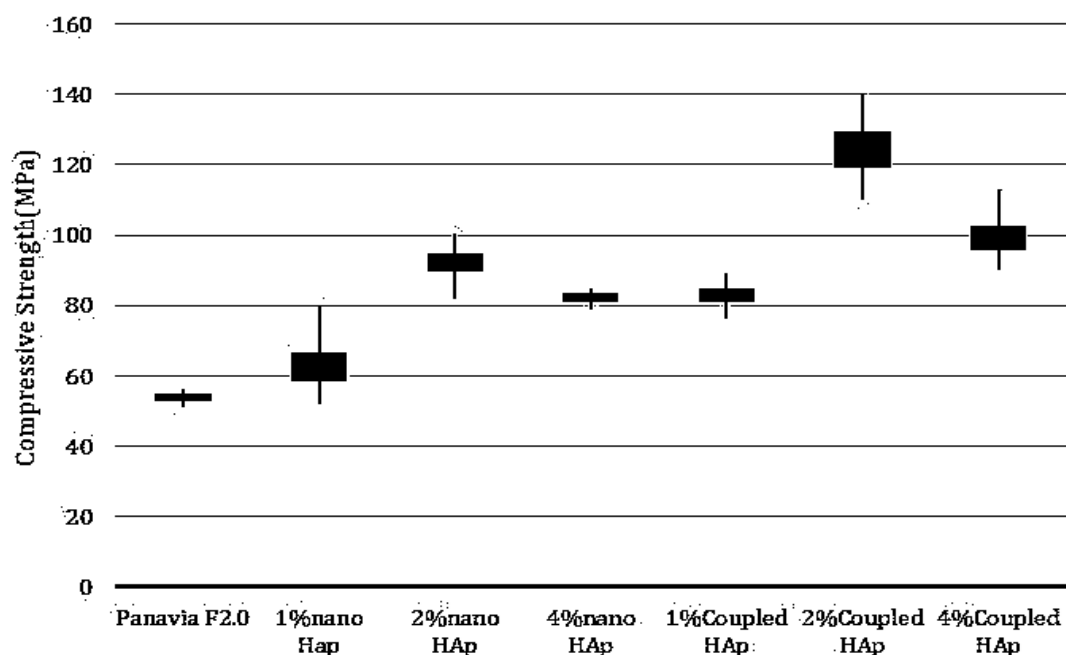


شکل ۴-۱: مقایسه استحکام میانگین بین سیمان پاناولیا و کامپوزیت‌های تقویت شده آن در آزمون فشار.



شکل ۴-۲: نمودار تنش-کرنش نمونه‌های آزمون فشار.





شکل ۴-۳: نمودار فراوانی استحکام فشاری برای نمونه‌های هر گروه از آزمون.

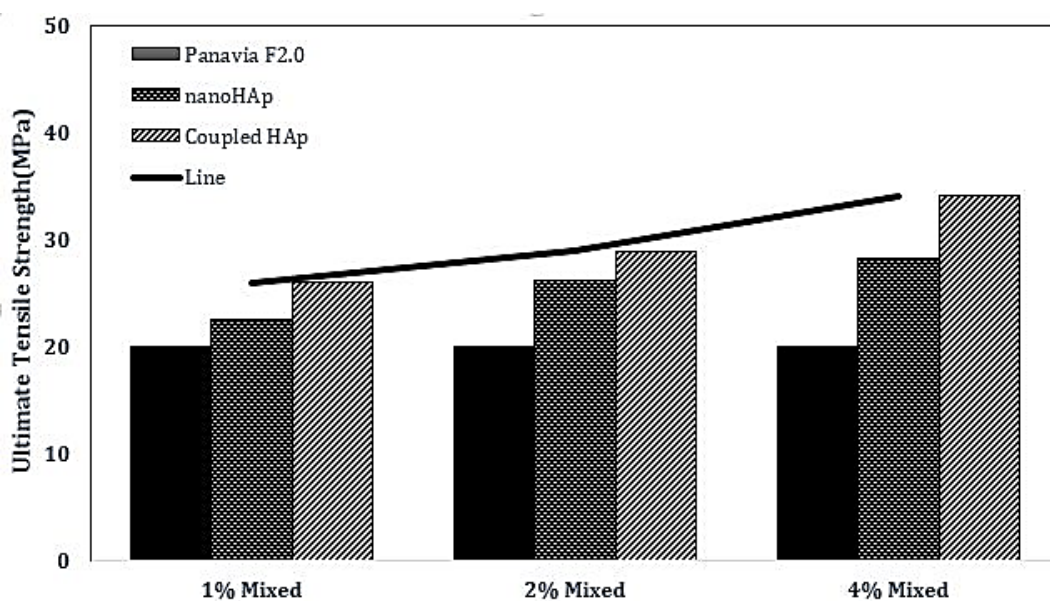
در مرحله آزمون ریزکشی میانگین میزان استحکام کششی نهایی<sup>۱</sup> در گروه سیمان پانویا خالص ۱۹/۹ مگاپاسکال، در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت ۲۲/۵ مگاپاسکال، در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت ۲۶/۳ مگاپاسکال، در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت ۲۸/۲ مگاپاسکال محاسبه شد.

همچنین برای گروه‌های تقویت شده با پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت سطحی شده ۲۶/۱ مگاپاسکال، در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده ۲۸/۹ مگاپاسکال و در گروه کامپوزیت تقویت شده با ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده ۳۴/۱ مگاپاسکال برآورد گردید (جدول ۴-۲ و شکل ۴-۴).

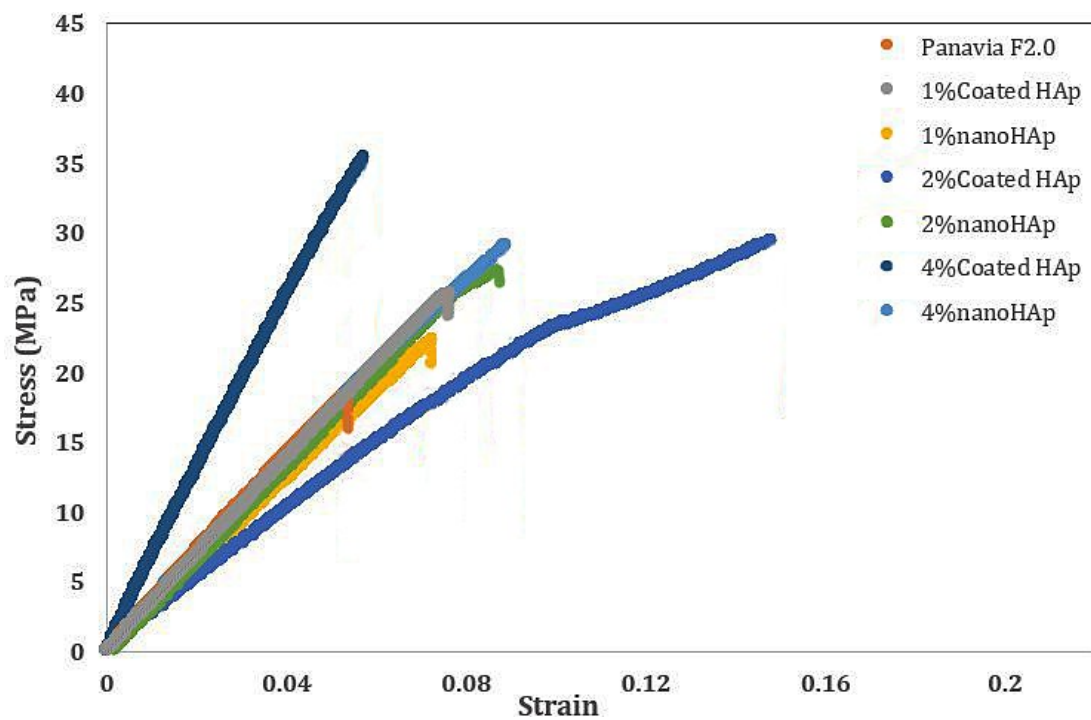
<sup>۱</sup> Ultimate Tensile Strength (UTS)

جدول ۴-۲: نتایج آزمون ریزکشی برای گروه‌های مورد آزمایش

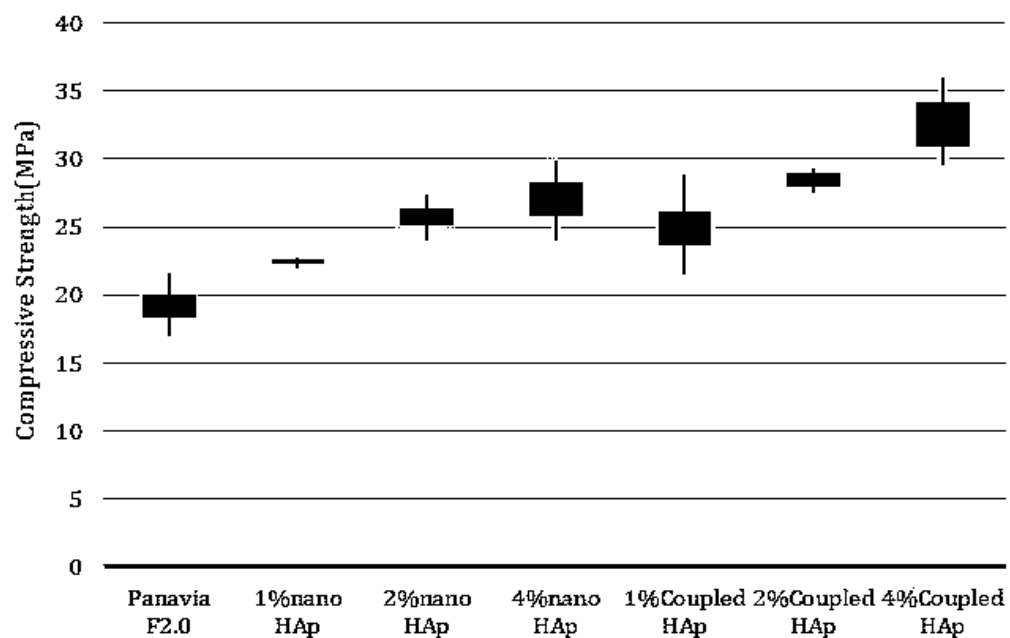
| گروه                                                           | استحکام کشش نهایی<br>مینیمم (MPa) | استحکام کشش نهایی<br>ماکزیمم (MPa) | میانگین استحکام کشش<br>نهایی (MPa) |
|----------------------------------------------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| سیمان پاناولیا                                                 | ۱۸/۳                              | ۲۱/۶                               | ۱۹/۹                               |
| کامپوزیت ۱ درصد وزنی<br>نانوهیدروکسی آپاتیت                    | ۲۲/۳                              | ۲۲/۷                               | ۲۲/۵                               |
| کامپوزیت ۲ درصد وزنی<br>نانوهیدروکسی آپاتیت                    | ۲۵/۲                              | ۲۷/۳                               | ۲۶/۳                               |
| کامپوزیت ۴ درصد وزنی<br>نانوهیدروکسی آپاتیت                    | ۲۵/۸                              | ۲۹/۹                               | ۲۸/۲                               |
| کامپوزیت ۱ درصد وزنی<br>نانوهیدروکسی آپاتیت<br>عملیات سطحی شده | ۲۳/۶                              | ۲۸/۸                               | ۲۶/۱                               |
| کامپوزیت ۲ درصد وزنی<br>نانوهیدروکسی آپاتیت<br>عملیات سطحی شده | ۲۸                                | ۲۹/۳                               | ۲۸/۹                               |
| کامپوزیت ۴ درصد وزنی<br>نانوهیدروکسی آپاتیت<br>عملیات سطحی شده | ۳۱                                | ۳۵/۹                               | ۳۴/۱                               |



شکل ۴-۴: مقایسه بین استحکام میانگین سیمان پاناولیا و کامپوزیت‌های تقویت شده آن در آزمون ریزکشی.



شکل ۴-۵: نمودار تنش- کرنش نمونه‌های آزمون ریزش.

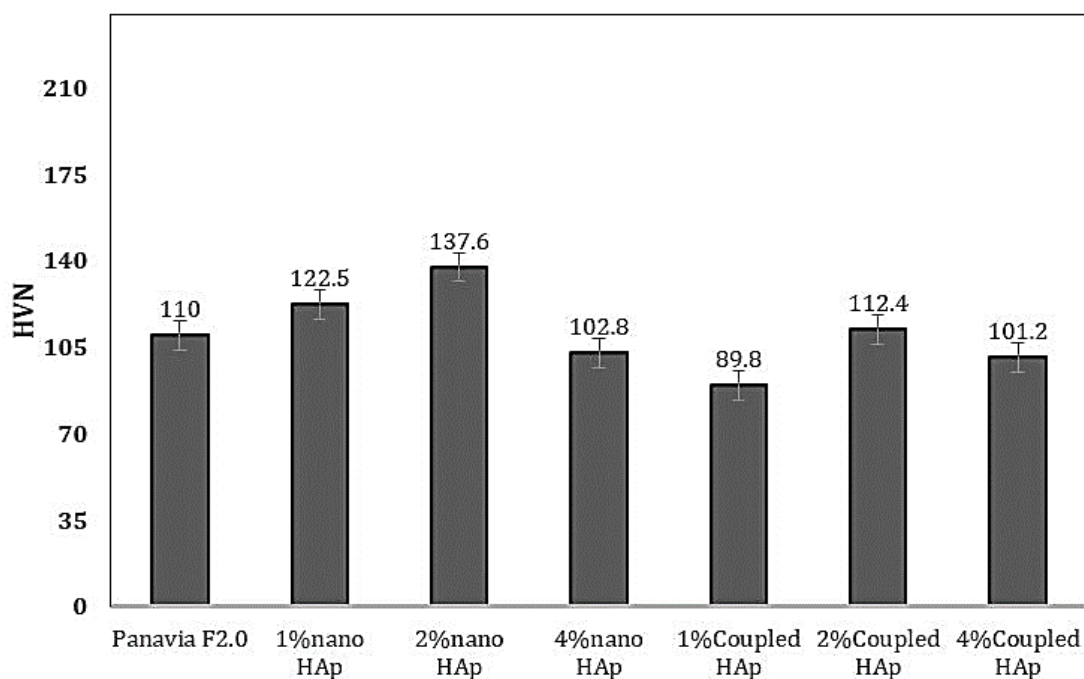


شکل ۴-۶: نمودار فراوانی استحکام کشش نهایی برای نمونه‌های هر گروه از آزمون.

نتایج سختی‌های به‌دست آمده با گرفتن میانگین نقاط تست شده برای هر نمونه در جدول ۳-۴ و نمودار شکل ۴-۷ آمده است.

جدول ۳-۴: نتایج آزمون ریزسختی ویکرز برای نمونه‌ها

| گروه                                                     | میانگین سختی ویکرز (HV) |
|----------------------------------------------------------|-------------------------|
| سیمان پاناولیا                                           | ۱۱۰                     |
| کامپوزیت ۱ درصد وزنی نانوهیدروکسی آپاتیت                 | ۱۱۲/۵                   |
| کامپوزیت ۲ درصد وزنی نانوهیدروکسی آپاتیت                 | ۱۳۷/۶                   |
| کامپوزیت ۴ درصد وزنی نانوهیدروکسی آپاتیت                 | ۱۰۲/۸                   |
| کامپوزیت ۱ درصد وزنی نانوهیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده | ۸۹/۸                    |
| کامپوزیت ۲ درصد وزنی نانوهیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده | ۱۱۲/۴                   |
| کامپوزیت ۴ درصد وزنی نانوهیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده | ۱۰۱/۲                   |



شکل ۴-۷: نمودار مقایسه نتایج سختی ویکرز بین گروه‌های مورد آزمایش.

## ۴-۲- بحث

در این تحقیق، بیشترین مقادیر استحکام فشاری برای گروه کامپوزیت تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک (با میانگین  $129/2$  مگاپاسکال)، بیشترین مقادیر استحکام ریزکشی برای گروه کامپوزیت تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک (با میانگین  $34/1$  مگاپاسکال) و برای آزمون ریزسختی بیشترین سختی در گروه کامپوزیت تقویت شده با پودر نانو هیدروکسی آپاتیت (با میانگین  $137/6$  ویکرز) به ثبت رسید.

تفاوت مقادیر استحکام فشاری و استحکام ریزکشی در گروه‌های مختلف به‌صورت معناداری با درصد و نوع ترکیب تغییر می‌کند. همان‌طور که در نمودار شکل ۴-۲ مشاهده شد، استحکام فشاری نمونه‌ها در حالت خالص سیمان پانایا کمترین استحکام را دارد؛ بنابراین پس از افزودن پودر تقویت‌کننده، در هر دو گروه پودر عملیات سطحی شده و عملیات سطحی نشده، استحکام افزایش یافته و در ترکیب تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر تقویت‌کننده به بالاترین حد خود می‌رسد و پس از آن با افزایش درصد وزنی پودر تقویت‌کننده، شاهد کاهش استحکام فشاری در نمونه‌ها هستیم.

طبق نتایج به‌دست‌آمده که در نمودار شکل ۴-۵ مشاهده می‌شود، استحکام ریزکشی نمونه‌ها در حالت خالص سیمان پانایا کمترین استحکام را دارد و پس از افزودن پودر تقویت‌کننده در هر دو گروه پودر عملیات سطحی شده و عملیات سطحی نشده، استحکام افزایش یافته و به‌طور مداوم با افزایش درصد وزنی پودر تقویت‌کننده شاهد افزایش این استحکام هستیم. از سوی دیگر در هر دو آزمون استحکام فشاری و استحکام ریزکشی، تأثیر افزایش استحکام در درصد وزنی پودر تقویت‌کننده یکسان و برای گروه تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک بیشتر از گروه دیگر بود.

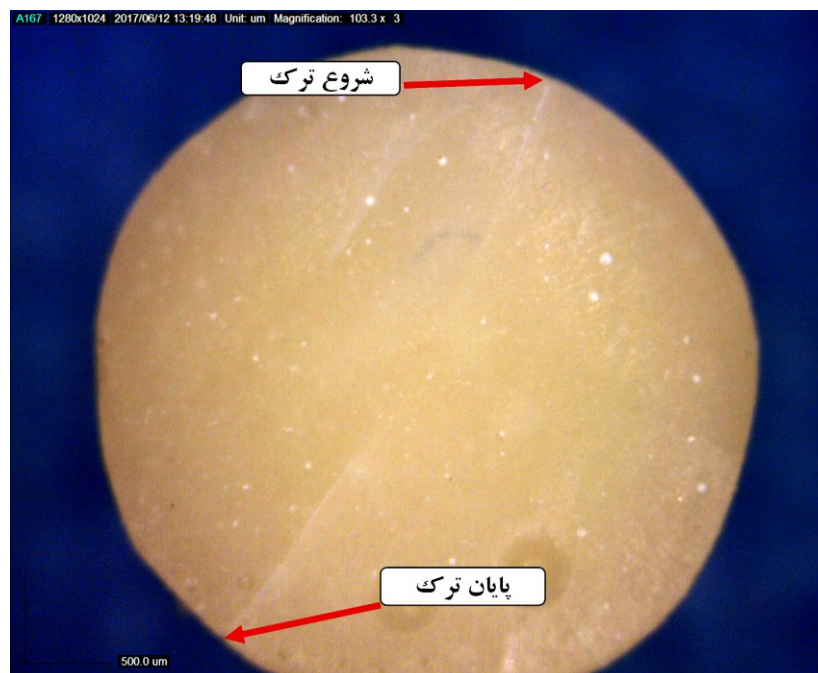
روند تغییرات نتایج آزمون میکرو سختی شباهتی با آزمون فشاری دارد از این جهت که با افزایش درصد پودر تقویت کننده در هر دو گروه عملیات سطحی شده و بدون عملیات سطحی تا ۲ درصد وزنی شاهد افزایش، و پس از آن شاهد کاهش سختی هستیم.

در مورد سختی نمونه‌های تقویت شده با پودر عملیات سطحی شده شاهد کاهش سختی نسبت به گروه نمونه‌های بدون عملیات سطحی هستیم به گونه‌ای که سختی نمونه‌ها از نمونه ناظر کمتر شده و تنها در ۲ درصد وزنی با آن برابری می‌کند، و در گروه تقویت شده با پودر بدون عملیات سطحی تنها سختی بالاتر از نمونه ناظر را شاهدیم.

از آن جایی که کاربرد کامپوزیت ساخته شده درون دندان می‌باشد و دندان همواره تحت تنش‌های فشاری است، در نتیجه از بین سه آزمون انجام شده رسیدن به افزایش استحکام فشاری بیشتر هدف اصلی بوده و بهترین درصد وزنی پودر تقویت کننده و نوع پودر تقویت کننده، درصدی از پودری است که بیشترین استحکام فشاری در آزمون فشار از آن به دست آمده، که در این تحقیق کامپوزیت تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک گزارش شد.

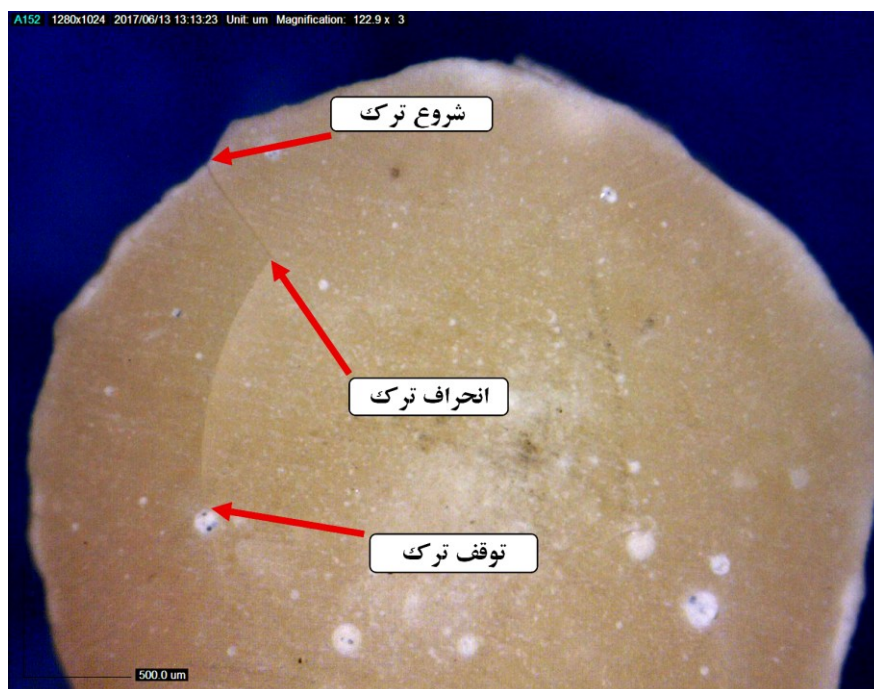


شکل ۴-۸: سطح شکست نمونه آزمون فشار سیمان پانویا خالص.

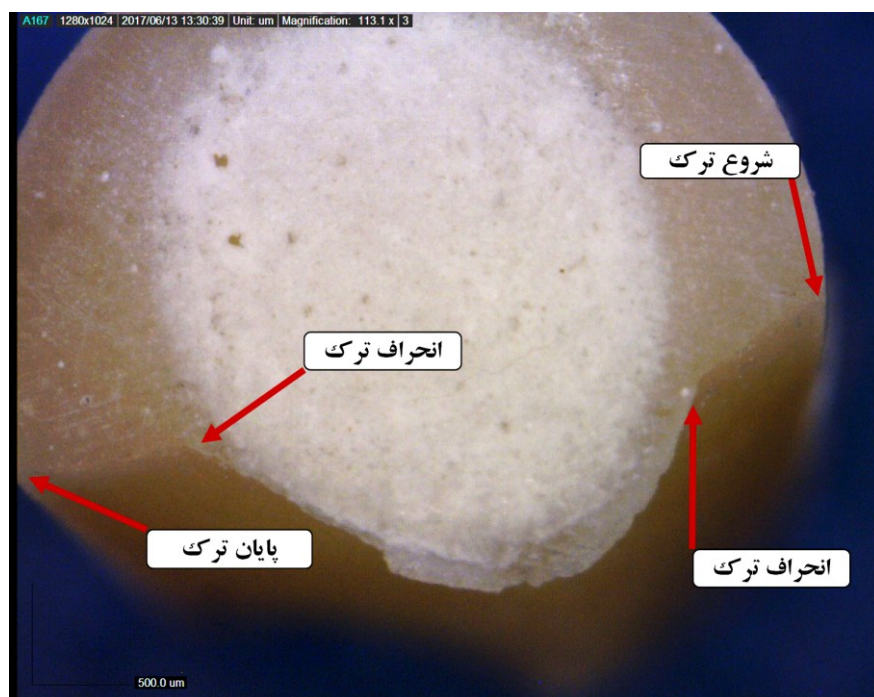


شکل ۴-۹: مسیر رشد ترک در نمونه آزمون فشار حاوی ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت.





شکل ۴-۱۰: سطح مقطع نمونه آزمون فشار حاوی ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده و مسیر رشد ترک.



شکل ۴-۱۱: سطح مقطع نمونه آزمون فشار حاوی ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده و مسیر رشد ترک.





شکل ۴-۱۲: سطح شکست نمونه آزمون ریزکشی حاوی ۲ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت.



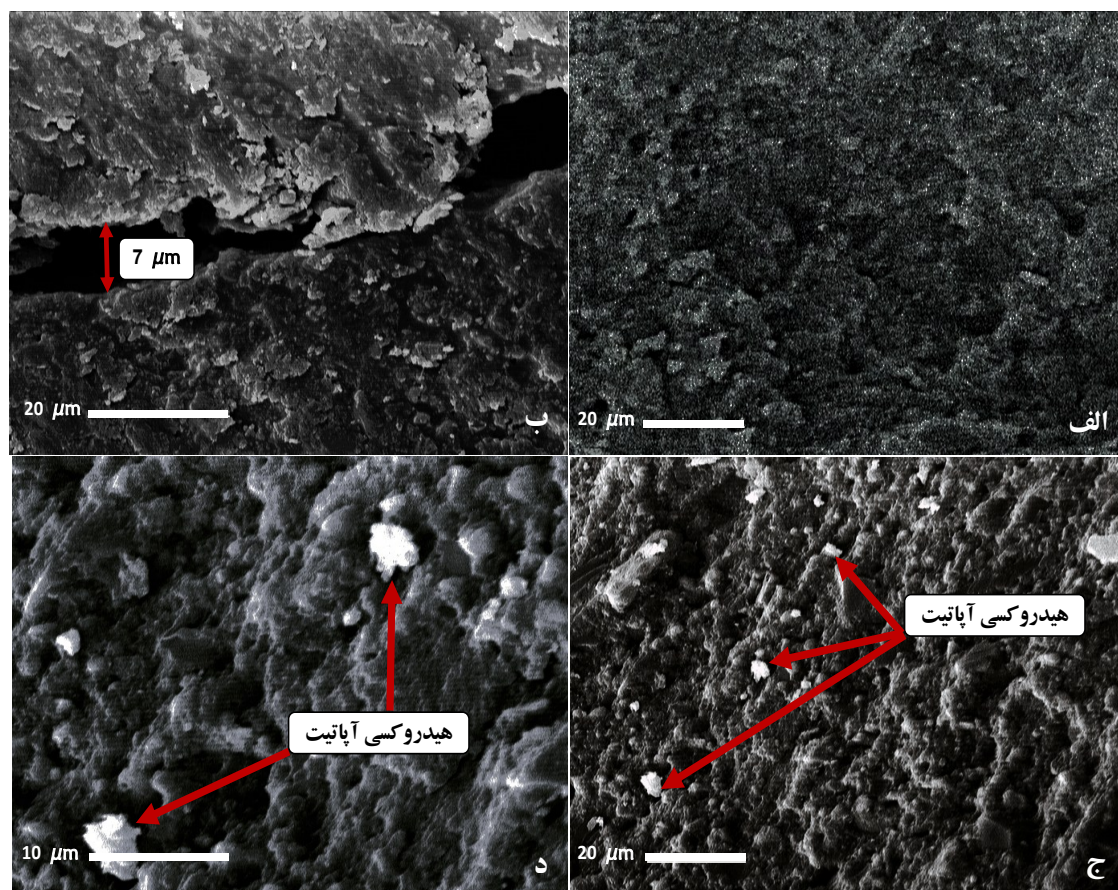
شکل ۴-۱۳: سطح شکست نمونه آزمون ریزکشی حاوی ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده.

همان‌طور که در شکل‌های ۴-۸ تا ۴-۱۳ در تصاویر میکروسکوپ نوری گرفته شده از نمونه‌ها پس از انجام تست مشاهده می‌شود، تخلخل به‌وجود آمده در سیمان یکی از مشکلات بسیار مهم در نمونه‌های مورد آزمایش بود که حتی با لایه لایه پر کردن قالب توسط مواد کامپوزیت و همچنین با استفاده از ابزار دمپر طی مرحله پر کردن قالب و فشرده‌سازی مواد پس از جایگذاری درون قالب، تخلخل همواره در تمامی نمونه‌ها وجود داشت.

علت به وجود آمدن این تخلخل‌ها، ناشی از مرحله اختلاط اجزا سیمان با یکدیگر بود. هم زدن اجزا سیمان با یکدیگر در زمان آماده‌سازی مشخص‌شده توسط شرکت سازنده، باعث نفوذ مولکول‌های هوا به داخل ساختار سیمان شده که پس از پر کردن قالب و پلیمریزه شدن سیمان در ساختار آن باقی می‌ماند که با توجه به نوع آماده‌سازی این نوع سیمان‌ها امری پذیرفته شده است و تنها با استفاده از ابزار دمپر و جایگذاری لایه لایه کامپوزیت، تنها می‌توان درصد آن را کاهش داد. درکل تعداد و اندازه تخلخل‌های به وجود آمده ارتباطی با خالص بودن سیمان، درصد وزنی و یا نوع پودر تقویت‌کننده ندارد و تخلخل تنها در مرحله اختلاط اجزا کامپوزیت به وجود می‌آید و فقط به چگونگی مخلوط‌سازی اجزا کامپوزیت با یکدیگر ربط دارد.

همان‌طور که در شکل ۴-۹ و شکل‌های ۴-۱۰ و ۴-۱۱ مشاهده می‌شود، مسیر رشد ترک پس از اعمال بار بر روی نمونه‌های فشاری به‌خوبی مشخص می‌باشد. از مقایسه نوع رشد ترک در نمونه‌های تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با نمونه‌های بدون عملیات سطحی، مشاهده می‌شود که مسیر رشد ترک در نمونه‌های تقویت شده با پودر عملیات سطحی شده، از نقطه شروع ترک تا انتهای آن چندین بار منحرف‌شده و در برخی نقاط غیر خطی می‌باشد، حال آن‌که این مسیر در نمونه‌های تقویت شده با پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی نشده کاملاً خطی و مستقیم و بدون انحراف می‌باشد در بیشتر نمونه‌ها ترک‌ها یک صفحه کاملاً صاف را ایجاد کرده بود.

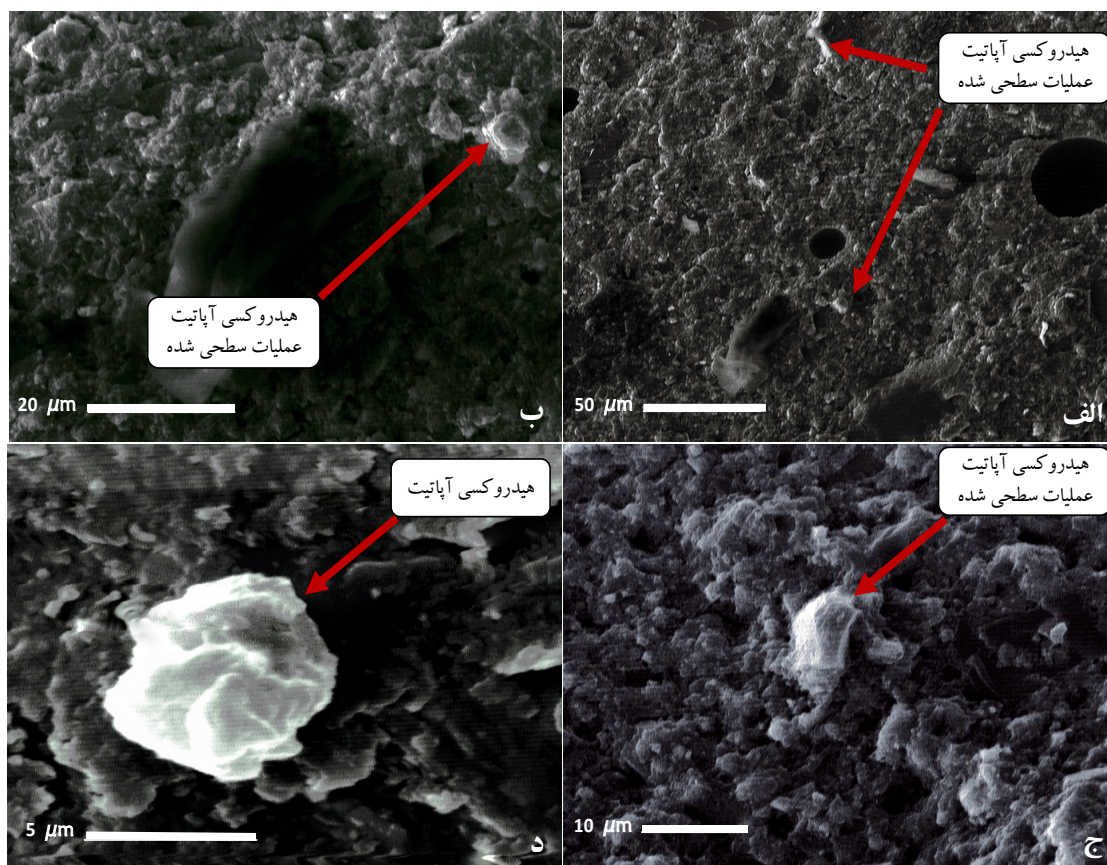
از آن جایی‌که در نمونه‌های تقویت شده با پودر عملیات سطحی شده شاهد انحراف ترک هستیم و می‌دانیم یک ترک برای انحراف از مسیر رشد خود نیازمند برخورد با ذره‌ای است که استحکام پیوند آن با زمینه بیش از استحکام زمینه باشد، در نتیجه درمی‌یابیم عملیات سطحی اسید سیتریک اعمال‌شده بر روی پودر به‌خوبی این پیوند مستحکم را با زمینه برقرار نموده است، و به سبب آن تافنس و استحکام نمونه‌های تقویت شده با پودر عملیات سطحی شده با اسید سیتریک نسبت به نمونه‌های عملیات سطحی نشده، بیشتر می‌باشد.



شکل ۴-۱۴: تصویر SEM مربوط به: الف. نمونه ناظر (سیمان خالص) ب. سائز دهانه ترک نمونه حاوی ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده ج. نمونه حاوی ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت د. نمونه حاوی ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت با بزرگنمایی بیشتر.

در شکل ۴-۱۴ سیمان خالص Panavia F2.0 که در قسمت الف نشان داده شده، همان نمونه ناظر یا زمینه کامپوزیت می باشد که به لحاظ رنگی در عکس های گرفته شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی به رنگ خاکستری تیره می باشد و در قسمت ج و د که عکس مربوط به نمونه حاوی ۴ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت می باشد، ذرات سفیدرنگ همان ذرات هیدروکسی آپاتیت است که در زمینه خاکستری رنگ Panavia F2.0 پراکنده شده اند. این ذرات همان طور که در شکل نیز مشاهده می شود پیوند قابل توجهی با زمینه ندارند. در قسمت ب دهانه یک ترک در نمونه حاوی ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت قابل رؤیت می باشد که با اندازه گیری با توجه به مقیاس عکس مقدار آن ۷ میکرومتر محاسبه شد.



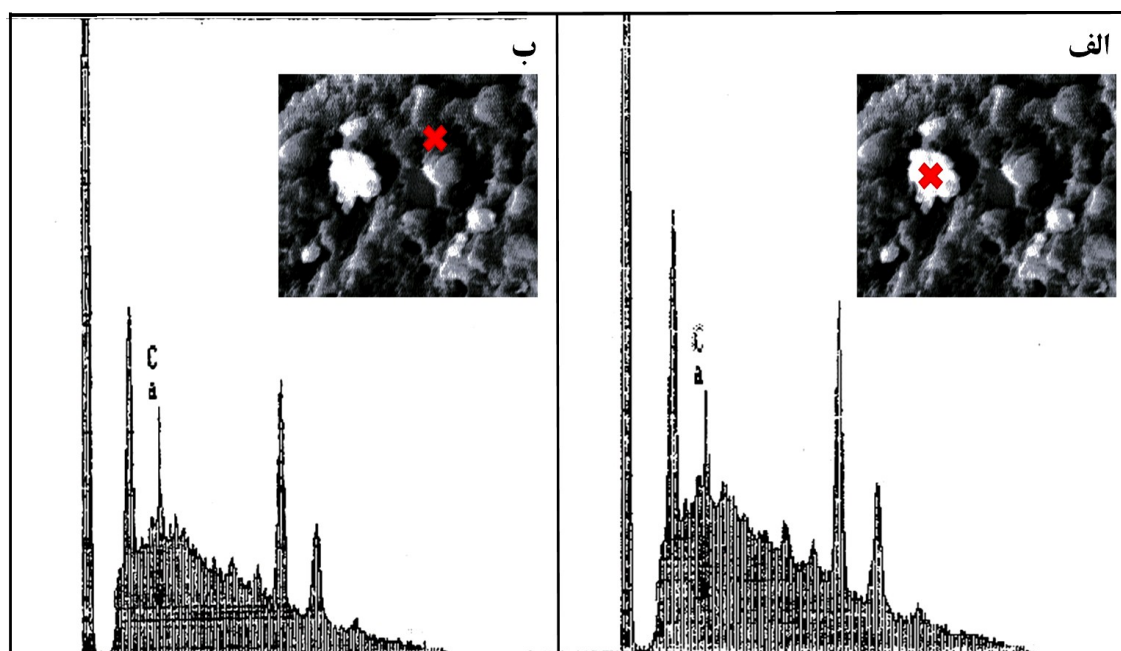


شکل ۴-۱۵: تصویر SEM مربوط به: الف. نمونه حاوی ۲ درصد وزنی پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک ب. بزرگنمایی شکل الف بر روی یک ذره آگلومره شده پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده ج. نمونه حاوی ۱ درصد وزنی پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده و اتصال ذره با زمینه د. نمونه حاوی ۱ درصد وزنی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت و اتصال ضعیف با زمینه.

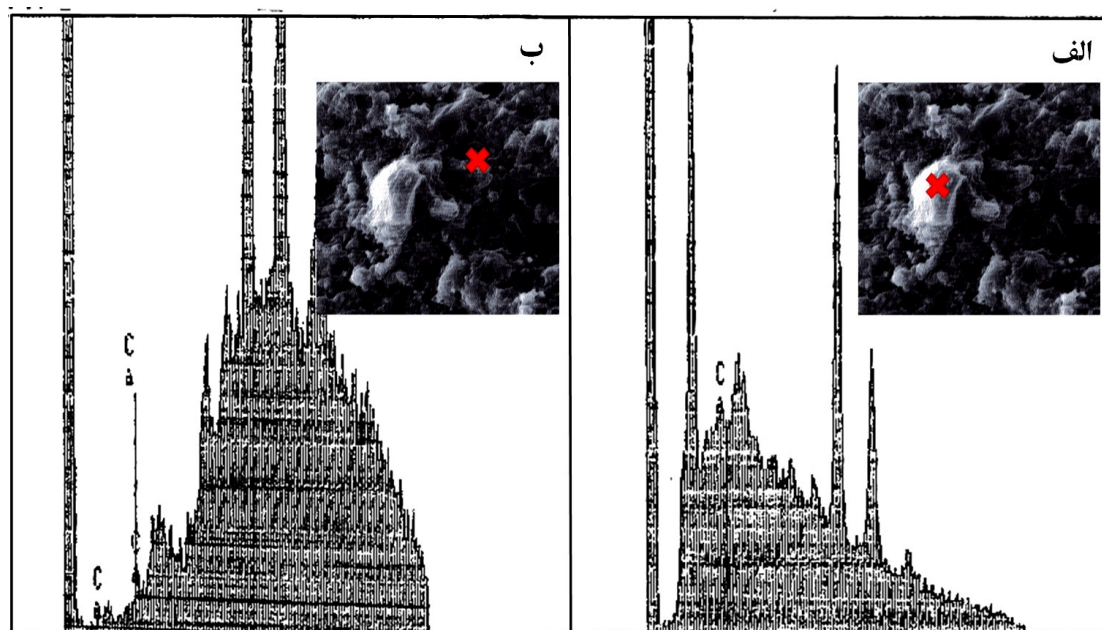
در شکل ۴-۱۵ در قسمت الف و ب نمونه کامپوزیت تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر هیدروکسی آپاتیت پوشش داده شده با اسید سیتریک نشان داده شده که با مقایسه ذرات با قسمت ج و د شکل ۴-۱۴ می‌توان تفاوت رنگ ذرات پودر پوشش داده شده را با پودر بدون پوشش دید.

ذرات پودر پوشش داده شده با اسید سیتریک در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی رنگی تیره‌تر و متمایل به رنگ زمینه دارند حال آن‌که ذرات پودر بدون پوشش کاملاً سفید و روشن می‌باشند. دایره‌های تیره‌رنگ در قسمت الف شکل ۴-۱۵ نشان‌دهنده حفرات موجود در نمونه است.

از سوی دیگر با مقایسه پیوند بین ذرات تقویت کننده با زمینه سیمان در قسمت ج و د شکل ۴-۱۵ مشاهده می شود که پیوند مربوط به قسمت ج که مربوط به نمونه حاوی ۱ درصد وزنی پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با عامل اتصال اسید سیتریک است، نسبت به قسمت د که مربوط به ذره آگلومره شده هیدروکسی آپاتیت بدون عامل اتصال می باشد، پیوند قوی تری را با زمینه برقرار کرده است به صورتی که پیوستگی ذره عملیات سطحی شده با زمینه به وضوح قابل مشاهده است. همچنین گسستگی پودر هیدروکسی آپاتیت در شکل ۴-۱۴ و ۴-۱۵ در همه موارد به خوبی قابل تشخیص است.



شکل ۴-۱۶: الف. نتیجه آنالیز EDS بر روی ذره آگلومره شده پودر نانو هیدروکسی آپاتیت در نقطه مشخص شده در شکل ب. نتیجه آنالیز EDS با فاصله از ذره ذکر شده درون زمینه کامپوزیت در نقطه مشخص شده در شکل.

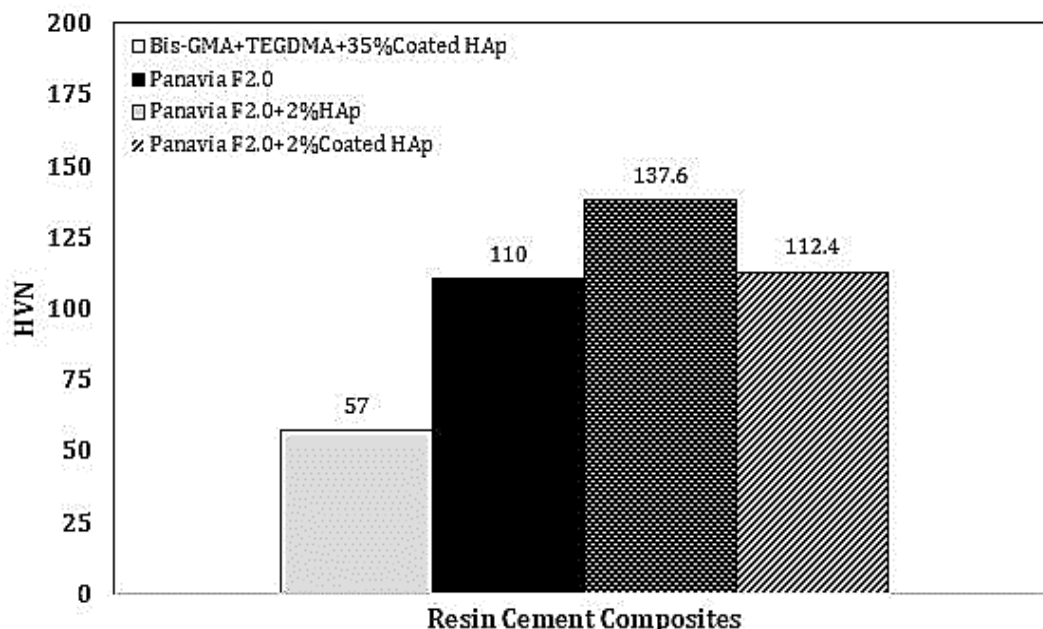


شکل ۴-۱۷: الف. نتیجه آنالیز EDS بر روی ذره آگلومره شده پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک در نقطه مشخص شده در شکل ب. نتیجه آنالیز EDSX با فاصله از ذره ذکر شده درون زمینه کامپوزیت در نقطه مشخص شده در شکل.

شکل ۴-۱۶ مربوط به نمودار آنالیز EDS بر روی یک ذره آگلومره شده از پودر نانو هیدروکسی آپاتیت و با فاصله از آن در زمینه سیمان رزینی Panavia F2.0 می باشد که در قسمت الف آنالیز بر روی ذره و در قسمت ب آنالیز با فاصله از ذره و در زمینه کامپوزیت صورت گرفته است و در هر دو نقطه حضور کلسیم به چشم می خورد و از آن جایی که کلسیم در مواد تشکیل دهنده زمینه که سیمان رزینی است وجود ندارد، از نتیجه این آنالیز می توان احتمال نفوذ کلسیم که بیانگر حضور هیدروکسی آپاتیت است را، به زمینه کامپوزیت پی برد. در نمودار شکل ۴-۱۷ نیز به همین صورت نفوذ کلسیم که ناشی از نفوذ هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده به زمینه سیمان است، قابل مشاهده می باشد. نفوذ هیدروکسی آپاتیت در زمینه های رزینی و با توجه به زیست فعال بودن این ماده و شباهت آن با ساختار دندان می تواند برای جلوگیری از رشد پوسیدگی های دندان و آلوده کردن سیمان بسیار مفید واقع شود.

با مقایسه سختی به دست آمده از نمونه های مورد آزمایش با سختی به دست آمده از چند سیمان رزینی مختلف تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت که در نمودار شکل ۲-۴ آمده است، مشخص شد که سیمان Panavia F2.0 (Kuraray Medical Inc, Japan) به تنهایی سختی ای، معادل دو برابر بیشترین سختی

نتایج آن آزمایش داشت. مقایسه بین بیشینه سختی نمونه‌های آزمایش و نتایج نمودار ۴-۲ در نمودار شکل ۴-۱۸ آمده است.



شکل ۴-۱۸: مقایسه بیشینه سختی ویکرز نمونه‌های ساخته شده با کامپوزیت مشابه.

پیوند بین هیدروکسی آپاتیت و اسید سیتریک از نوع شیمیایی است و طبق فرضیات اولیه انتظار می‌رفت تا سیمان پاناولیا با زمینه پلی متیل متاکریلاتی بتواند با برقراری اتصال شیمیایی با افزودن عامل اتصال اسید سیتریک بر روی پودر، پیوند قوی‌تری با پودر هیدروکسی آپاتیت ایجاد کند که این فرضیه با توجه به نتایج به‌دست آمده، افزایش استحکام و انحراف مسیر ترک‌ها تا حد بالایی محتمل است.

پیوند پودر هیدروکسی آپاتیت با اکثر زمینه‌های کاربردی در پزشکی و از جمله سیمان با زمینه پلی متیل متاکریلاتی مورد آزمایش در این تحقیق، از نوع مکانیکی می‌باشد. از این رو جداسازی آن از زمینه به‌راحتی ممکن خواهد بود و میزان چسبندگی جزء ترمیمی به دندان کاملاً به کیفیت سطح بستگی خواهد داشت [۵۲].

با توجه به نتایج و احتمالات موجود فرض بر این است که، اسید سیتریک با اعمال عملیات سطحی به عنوان عامل اتصال بین پودر و زمینه عمل کرده، در نتیجه اتصال بین زمینه و پودر تقویت کننده هم از نوع مکانیکی و هم از نوع شیمیایی خواهد بود. با توجه به مقایسه نتایج به دست آمده در این تحقیق، برای دو گروه تقویت شده با پودر عملیات سطحی شده، بدون عملیات سطحی و مشاهده افزایش استحکام بیشتر برای گروه تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده، به خوبی این فرضیه به اثبات رسید که اسید سیتریک می تواند عامل اتصال بسیار خوبی برای پودر تقویت کننده هیدروکسی آپاتیت با سیمان های رزینی باشد.

همان طور که در فصل مقدمه ذکر شد، کامپوزیت های رزینی تقویت شده با هیدروکسی آپاتیت، نمونه ای از موادی است که می تواند به عنوان سیمان استخوان در پرکردن نقص استخوان، پرکردن دندان، پوشش پروتزهای تعویضی و ایمپلنت های دندانی استفاده شود و تحقیقات انجام شده بر روی این کامپوزیت که به چند مورد آن اشاره شد، به خوبی نشان داد که افزودن هیدروکسی آپاتیت به عنوان فاز تقویت کننده، تأثیرات بسیار خوبی را در افزایش استحکام و بهبود خواص درمانی کامپوزیت از خود نشان می دهد. از این رو اعمال عامل اتصال مناسب بر روی پودر هیدروکسی آپاتیت که با زمینه پیوند مستحکمتری ایجاد نماید، می تواند در افزایش استحکام سیمان استخوان نقش بسزایی را ایفا کند. بنابراین عامل اتصال اسید سیتریک را به جهت ایجاد پیوند شیمیایی مناسب با هیدروکسی آپاتیت و احتمالاً زمینه، می توان عامل اتصال بسیار خوبی برای استفاده در سیمان استخوان دانست.





## فصل ۵ نتیجه‌گیری و پیشنهادات

### ۵-۱- نتیجه‌گیری

نتایج ارزیابی تأثیر افزودن پودر هیدروکسی آپاتیت بدون عملیات سطحی و عملیات سطحی شده به سیمان رزینی پانویا اف ۲، بر میزان استحکام ریزکشی و فشاری این کامپوزیت در شرایط آزمایشگاهی نشان داد که، بالاترین میانگین استحکام فشاری در گروه کامپوزیت تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت بدون عامل اتصال مربوط به کامپوزیت تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر بود و معادل ۹۴/۷ مگاپاسکال برآورد گردید و افزایش استحکام نسبت به حالت خالص سیمان پانویا در این گروه ۷۳/۵٪ بود. برای گروه تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک این مقدار مربوط به کامپوزیت تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر و معادل ۱۲۹/۲ مگاپاسکال بود که نسبت به حالت سیمان پانویا خالص ۱۳۶/۷٪ افزایش استحکام داشت. در هر دو گروه با افزایش درصد وزنی پودر بیش از ۲ درصد، شاهد افت استحکام فشاری در کامپوزیت هستیم.

بالاترین میانگین استحکام ریزکشی به‌دست آمده در گروه کامپوزیت تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت بدون عامل اتصال مربوط به کامپوزیت تقویت شده با ۴ درصد وزنی پودر بود و معادل ۲۸/۲ مگاپاسکال برآورد گردید که نسبت به حالت سیمان پانایا خالص ۴۱/۳٪ افزایش استحکام داشت.

برای گروه تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک این مقدار مربوط به کامپوزیت تقویت شده با ۴ درصد وزنی پودر و معادل ۳۴/۱ مگاپاسکال بود و افزایش استحکام نسبت به حالت خالص سیمان در این گروه ۷۰/۶٪ برآورد گردید. در مورد آزمون ریزکشی همواره با افزایش درصد وزنی پودر تقویت‌کننده که تا ۴ درصد وزنی مورد آزمایش قرار گرفته بود، شاهد افزایش استحکام و رابطه مستقیم بین استحکام و درصد وزنی پودر تقویت‌کننده هستیم.

تفاوت‌های معناداری را می‌توان در نسبت افزایش استحکام با درصد وزنی پودر تقویت‌کننده در نتایج مشاهده کرد که نشانگر تأثیر پودر هیدروکسی آپاتیت در افزایش استحکام فشاری و ریزکشی سیمان دندانی مورد مطالعه است و نتایج آزمون‌های فشار و ریزکشی برای کامپوزیت تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک و مقایسه آن با همین نتایج برای کامپوزیت تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت به‌خوبی نشان داد که تأثیر افزایش استحکام برای کامپوزیت تقویت شده با پودر عملیات سطحی شده با اسید سیتریک بیشتر است.

در تمامی گروه‌ها، نوع شکست از نوع ترد بود و تخلخل‌های ناشی از حبس شدن هوا در داخل سیمان که در حین اختلاط اجزا سیمان با یکدیگر به وجود آمده بود، در نمونه‌های مورد آزمایش وجود داشت. بنابراین، استفاده از پودر هیدروکسی آپاتیت به‌عنوان فاز تقویت‌کننده کامپوزیت با فاز زمینه سیمان رزینی پانایا توانست هم استحکام ریزکشی و هم استحکام فشاری سیمان را تا حد قابل ملاحظه‌ای افزایش دهد و پس از آن اعمال عامل اتصال اسید سیتریک بر روی پودر هیدروکسی آپاتیت و استفاده از آن به‌عنوان فاز تقویت‌کننده این کامپوزیت، افزایش استحکام ریزکشی و فشاری را نسبت به حالت پودر بدون عامل اتصال، بیشتر هم کرد. دلیل این افزایش استحکام می‌تواند به دلیل برقراری پیوند

شیمیایی علاوه بر پیوند مکانیکی بین دو فاز زمینه و تقویت کننده باشد. در نتیجه، با ایجاد یک پیوند شیمیایی مناسب بین دو فاز زمینه و تقویت کننده و با افزوده شدن تأثیر اتصال شیمیایی به اتصال مکانیکی بین دو فاز، علاوه بر افزایش استحکام، افزایش تافنس کامپوزیت را شاهد خواهیم بود.

## ۵-۲- پیشنهادات

استفاده از سیمان‌های پودر- محلولی، به‌خصوص گلاس آینومرها در ساخت کامپوزیت تقویت شده با پودر هیدروکسی آپاتیت و استفاده از درصدهای بالاتر پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده در آن، زیرا این سیمان حالت اولیه پودری داشته و محدودیتی در درصد وزنی پودر تقویت‌کننده اضافه شونده به سیمان نداریم و ترکیب همگن‌تری را نیز پس از اختلاط با هیدروکسی آپاتیت شاهد خواهیم بود.

ترکیب پودر تقویت‌کننده نانو هیدروکسی آپاتیت با سیمان‌های رزینی با پایه خمیری در هنگام ساخت سیمان، برای دستیابی به ساختار همگن و بدون تخلخل.

انجام آزمون‌های زیست‌فعالی و کشت بافت سلولی بر روی کامپوزیت تقویت شده با ۲ درصد وزنی پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با اسید سیتریک به دلیل استحکام فشاری و کششی بالای آن. استفاده از سیمان‌های دندان‌ی که برای آماده‌سازی نیاز به اختلاط بین اجزا ندارند تا از ایجاد تخلخل‌های ناخواسته در ساختار سیمان جلوگیری شود.

استفاده از پودر هیدروکسی آپاتیت عملیات سطحی شده با عامل اتصال اسید سیتریک در سیمان استخوان.

## منبع‌ها

1. R, W., *Liners, bases, and cements: an in-depth review*. Dent Today, 2008.
2. Powers, J.M. and R.L. Sakaguchi, *Craig's Restorative Dental Materials*. 12Rev ed. 2006, St Louis: Elsevier Health Sciences. 656 p.
3. Roberson, T.M., et al., *Sturdevant's art and science of operative dentistry*. 5th ed. 2006, St. Louis, Mo.: Mosby Elsevier. xxiii, 1006 p.
4. O'Brien, W.J., *Dental materials and their selection*. 4th ed. 2008, Hanover Park, IL: Quintessence Pub. Co. xiii, 425 p.
5. Ferracane, J.L., *Materials in dentistry : principles and applications*. 2nd ed. 2001, Philadelphia: Lippincott Williams & Wilkins. xiv, 354 p.
6. MA, L., *Six principles of adhesion*. Dent Econ, 2007.
7. Collins, F.H. and Oxford English Dictionary Department., *The Oxford dictionary for writers and editors*. Reprinted with corr. ed. 1981, Oxford: Clarendon Press. xiv, 448 s.
8. Sakaguchi, R.L. and J.M. Powers, *Craig's Restorative Dental Materials-E-Book*. 2012: Elsevier Health Sciences.
9. Standard), E.B., *Dentistry - Water-based cements - part 1: Powder/liquid acid-base cements*, in *ISO 9917-1:2007(E)*. 2007, Authority of the Standards Policy and Strategy Committee.
10. Bird, D., et al., *Torres and Ehrlich modern dental assisting*. 7th ed. 2002, Philadelphia: W.B. Saunders.
11. Weiner, R., *Liners, bases, and cements: an in-depth review, part 4*. Dentistry today, 2009. **28**(3): p. 61.
12. Anusavice, K.J. and R.W. Phillips, *Phillips' science of dental materials*. 11th ed. 2003, St. Louis, Mo.: Saunders. xxv, 805 p.
13. ØILO, G. and K.D. JØRGENSEN, *The influence of surface roughness on the retentive ability of two dental luting cements*. Journal of oral rehabilitation, 1978. **5**(4): p. 377-389.
14. Saint-Jean, S.J., *Dental glasses and glass-ceramics*, in *Advanced Ceramics for Dentistry*. 2013, Elsevier Inc. Waltham, MA. p. 255-277.
15. Lin, A., N. McIntyre, and R. Davidson, *Studies on the adhesion of glass-ionomer cements to dentin*. Journal of Dental Research, 1992. **71**(11): p. 1836-1841.
16. Jin, S.D., S.C. Um, and J.K. Lee, *Surface Modification of Zirconia Substrate by Calcium Phosphate Particles Using Sol-Gel Method*. Journal of nanoscience and nanotechnology, 2015. **15**(8): p. 5946-5950.
17. Atsu, S.S., et al., *Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin*. The Journal of prosthetic dentistry, 2006. **95**(6): p. 430-436.
18. Ong, J.L. and D.C. Chan, *Hydroxyapatite and their use as coatings in dental implants: a review*. Critical Reviews™ in Biomedical Engineering, 2000. **28**(5&6).
19. Pang, X. and I. Zhitomirsky, *Electrodeposition of hydroxyapatite-silver-chitosan nanocomposite coatings*. Surface and Coatings Technology, 2008. **202**(16): p. 3815-3821.
20. Labella, R., M. Braden, and S. Deb, *Novel hydroxyapatite-based dental composites*. Biomaterials, 1994. **15**(15): p. 1197-1200.
21. Inc, K.M., *PANAVIA F 2.0 Complete Kit Flowchart*. 2014: p. 2-3.

22. Skrtic, D., et al., *Dental composites based on hybrid and surface-modified amorphous calcium phosphates*. Biomaterials, 2004. **25**(7): p. 1141-1150.
23. Lautenschlager, E., S. Stupp, and J. Keller, *Structure and properties of acrylic bone cement*. Functional behaviour of orthopaedic biomaterials, 1984. **2**: p. 87-119.
24. Lewis, G., *Properties of acrylic bone cement: state of the art review*. Journal of Biomedical Materials Research Part A, 1997. **38**(2): p. 155-182.
25. Lu, J., et al., *Human biological reactions at the interface between bone tissue and polymethylmethacrylate cement*. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, 2002. **13**(8): p. 803-809.
26. Moshaverinia, A., et al., *Effects of incorporation of hydroxyapatite and fluoroapatite nanobioceramics into conventional glass ionomer cements (GIC)*. Acta Biomaterialia, 2008. **4**(2): p. 432-440.
27. Morita, S., et al., *Performance of adhesive bone cement containing hydroxyapatite particles*. Biomaterials, 1998. **19**(17): p. 1601-6.
28. Dalby, M.J., et al., *Increasing hydroxyapatite incorporation into poly(methylmethacrylate) cement increases osteoblast adhesion and response*. Biomaterials, 2002. **23**(2): p. 569-76.
29. Welch, R.D., et al., *Subchondral defects in caprine femora augmented with in situ setting hydroxyapatite cement, polymethylmethacrylate, or autogenous bone graft: biomechanical and histomorphological analysis after two-years*. J Orthop Res, 2002. **20**(3): p. 464-72.
30. Kwon, S.Y., et al., *Hydroxyapatite impregnated bone cement: in vitro and in vivo studies*. Biomed Mater Eng, 1997. **7**(2): p. 129-40.
31. Jaber, L., C. Mascrès, and W.B. Donohue, *Reaction of the dental pulp to hydroxyapatite*. Oral surgery, oral medicine, oral pathology, 1992. **73**(1): p. 92-98.
32. Wang, M., R. Joseph, and W. Bonfield, *Hydroxyapatite-polyethylene composites for bone substitution: effects of ceramic particle size and morphology*. Biomaterials, 1998. **19**(24): p. 2357-66.
33. Roeder, R.K., M.M. Sproul, and C.H. Turner, *Hydroxyapatite whiskers provide improved mechanical properties in reinforced polymer composites*. J Biomed Mater Res A, 2003. **67**(3): p. 801-12.
34. Ishihara, K., et al., *Adhesive bone cement containing hydroxyapatite particle as bone compatible filler*. J Biomed Mater Res, 1992. **26**(7): p. 937-45.
35. Vallo, C.I., et al., *Polymethylmethacrylate-based bone cement modified with hydroxyapatite*. J Biomed Mater Res, 1999. **48**(2): p. 150-8.
36. Okazaki, M. and H. Ohmae, *Mechanical and biological properties of apatite composite resins*. Biomaterials, 1988. **9**(4): p. 345IN3-348.
37. M. M. Amr, A.V.W., P. L. Winnarda, J. J. Lannuttib and R. R. Seghi, *Enhanced Osteoblast Response to a Polymethylmethacrylate-Hydrox-Yapatite Composite*. Biomaterials, 2002. **23**: p. 133-144.
38. K. S. Bong, K.Y.J., Y. T. Lim and A. P. Su, *The Characteristics of a Hydroxyapatite-Chitosan-PMMA Bone Cement*. Biomaterials, 2004. **25**: p. 5715-5723.
39. K. Serbetci, F.K.a.N.H., *Thermal and Mechanical Properties of Hydroxyapatite Impregnated Acrylic Bone Cements*. 2004. **23**: p. 145-155.

40. S. M. Zebarjad, S.A.S., T. Ebrahimi Sdrabadi, S. A Sajjadi, A Yaghmaei, B Naderi, *A Study on Mechanical Properties of PMMA/Hydroxyapatite Nanocomposite*. 2011.
41. Nakamura, T., et al., *Mechanical properties of new self-adhesive resin-based cement*. Journal of Prosthodontic Research, 2010. **54**(2): p. 59-64.
42. Santos, C., et al., *Water absorption characteristics of dental composites incorporating hydroxyapatite filler*. Biomaterials, 2002. **23**(8): p. 1897-1904.
43. Arcís, R.W., et al., *Mechanical properties of visible light-cured resins reinforced with hydroxyapatite for dental restoration*. Dental Materials, 2002. **18**(1): p. 49-57.
44. Itokawa, H., et al., *A 12 month in vivo study on the response of bone to a hydroxyapatite-polymethylmethacrylate cranioplasty composite*. Biomaterials, 2007. **28**(33): p. 4922-4927.
45. Dalby, M., et al., *Increasing hydroxyapatite incorporation into poly (methylmethacrylate) cement increases osteoblast adhesion and response*. Biomaterials, 2002. **23**(2): p. 569-576.
46. Qiu, H., et al., *A citric acid-based hydroxyapatite composite for orthopedic implants*. Biomaterials, 2006. **27**(34): p. 5845-5854.
47. Saito, M., et al., *Experimental studies on a new bioactive bone cement: hydroxyapatite composite resin*. Biomaterials, 1994. **15**(2): p. 156-160.
48. Zhang, H. and B.W. Darvell, *Mechanical properties of hydroxyapatite whisker-reinforced bis-GMA-based resin composites*. Dental materials, 2012. **28**(8): p. 824-830.
49. GmbH, K.E., *Safety data sheet of PANA VIA F 2.0 ; PASTE A*. 2012.
50. GmbH, K.E., *Safety data sheet of PANA VIA F 2.0 ; ED PRIMER II Liquid B*. 2012.
51. Goracci, C., et al., *The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push - out bond strength measurements*. European Journal of Oral Sciences, 2004. **112**(4): p. 353-361.
52. Hong, L., X. Hengchang, and K. De Groot, *Tensile strength of the interface between hydroxyapatite and bone*. Journal of Biomedical Materials Research Part A, 1992. **26**(1): p. 7-18.







## **Abstract**

Panavia F2.0 (Kuraray Medical Inc, Japan) dental resin cement with base of polymethylmetacrylate is mostly used cement applied in dentistry because of its physical and mechanical characteristics in comparison to other cements. Usage of hydroxyapatite in dentistry has been taken into consideration because it has some advantages such as high level of internal radiopacity equal to high level of hardness in natural teeth as well as improved frictional characteristics, such as ideal characteristics as well as crispness and friability of this bio ceramic made researchers use mixture of these materials with other items in order to eliminate its defect. This study tried to improve characteristics of dental cement by composition of resin cement with reinforcement phase of nanohydroxyapatite powder and to use active-biological characteristics of hydroxyapatite in mixing with cement, also this study analyzed the influence of acid citric surface treatment on reinforcement powder. In this regard, three tests were done to measure compressive and micro-tensile strength and Vickers hardness. The sample of each test included four groups with different percent of reinforcement powder. The highest level of compressive strength was related to the group reinforced with 2 weight percent of coated nanohydroxyapatite powder done by coupling agent with increasing 136.7% strength in comparison to pure Panavia F2.0 dental cement, and the highest level of micro-tensile strength related to the group reinforced with 4 weight percent of coated nanohydroxyapatite powder done by coupling agent with increasing 41.3% strength in comparison to pure Panavia F2.0 dental cement. In all groups, fracture was brittle and porosities caused by confinement of air inside the cement created during mix of elements of cement was observed in samples of the test.

**Keywords:** Dental cement, Panavia resin cement, Surface treatment of Hydroxyapatite (HAp), Citric acid, Coupling agent, Compressive strength, Micro-tensile strength, Composition, Vickers hardness, Reinforcement and base bonding.





**Shahrood University of Technology**  
**Faculty of Materials Science and Engineering**

**MSc. Thesis in Composite Materials Engineering**

**A Study on Compression, Microtensile properties and effect  
of coupling agent on Nanocomposite of Panavia dental  
Cement Reinforced with Nanohydroxyapatite**

By

**HADI JAMALI**

Supervised by

**Dr. ARASH YAZDANI**

Advised by

**MSc. ABBASS FAZEL ANVARI YAZDI**

*February 2018*