

**Maciej HAJDUGA**, Akademia Techniczno Humanistyczna w Bielsku-Białej, Wyższa Szkoła Inżynierii Dentystycznej w Ustroniu

**Piotr ZDZIECH**, Wyższa Szkoła Inżynierii Dentystycznej w Ustroniu

## **WPLYW CZASU I TECHNIK POLIMERYZACJI NA MIKROTWARDOŚĆ I STRUKTURĘ MASY POLIMETAKRYLANOWEJ**

Streszczenie. Celem pracy jest zbadanie wpływu czasu i technik polimeryzacji na strukturę otrzymanego polimetakrylanu metylu, polimeryzowanego na gorąco. Zakres pracy obejmuje wykonanie próbek różnymi technikami polimeryzacji, w zależności od czasu i temperatury oraz określenie mikrotwardości, a także badanie strukturalne powierzchni. Badania twardości według Rckwella i Shore'a potwierdziły wpływ procesów polimeryzacyjnych na twardość i strukturę materiału.

### 1. WSTĘP

Protezy ruchome całkowite i częściowe mające za zadanie odbudowywanie brakujących zębów wraz tkankami miękkimi. Są najczęściej wykonywanymi uzupełnieniami protetycznymi. Ich zadaniem jest szybka i stosunkowo tania poprawa wyglądu estetycznego jak i odtworzenie funkcji żucia (odbudowa układu stomatognatycznego). [1, 2] Wykonywane są one najczęściej z mas polimerowych utwardzanych na zimno lub gorąco. Należą do bardzo dużej i ważnej grupy materiałów sztucznych stosowanych we wszystkich dziedzinach naszego życia. Masy akrylanowe, które otrzymuje się głównie w wyniku polimeryzacji estru kwasu metakrylanowego, przeznaczone są do wykonywania płyt protez dentystycznych, zębów, podścieleń i prac kombinowanych. [3, 4] Charakteryzuje się ona wysoką jakością przetwarzania, dokładnością dopasowania, stabilnością kształtu i koloru. Powstaje w wyniku procesu polimeryzacyjnego polegającego na łączenia się wielu cząsteczek monomeru (metyloakrylanu metylu, dwumetylo akrylanu – środek sieciujący, katalizatora) i polimeru (polimetyloakrylanu metylu, zmiękczacza, nadtlenu dwubenzoilu, i pigmentów) w odpowiednich proporcjach [5, 6].

### 2. METODYKA BADAŃ

#### Metoda 1 (krótki okres gotowania)

- Faza I - tak zwanego mokrego piasku
- Faza II - pęcznienia
- Faza III - rozklejania
- Faza IV - nitek
- Faza V - ciasta – masa w tej fazie została wtłoczona powoli do formy pod ciśnieniem czterech atmosfer. Po sprasowaniu masy i umieszczeniu puszkii w ramce i w pojemniku z zimną wodą temperatura wody została podniesiona do 100°C. Przez 30

minut puszkę z ramką utrzymywano w temperaturze 90°C, a następnie chłodzono w zimnej wodzie przez 15 minut.

#### Metoda 2 (przedłużana wstępna polimeryzacja)

- Faza I – masa w tej fazie została umieszczona na 15 minut w lodówce w temp. ok. 5°C, gdzie nastąpiło przedłużenie wstępnej polimeryzacji (faza II, III, IV, V). Po wyjęciu masa została wtłoczona do formy pod ciśnieniem czterech atmosfer. Następnie puszkę osadzoną w ramce, którą umieszczono w pojemniku z zimną wodą. Temperaturę podnoszono wolno do 100°C, a następnie przez 1,5 godziny temperaturę wody utrzymywano w około 90°C. Po tym okresie pozostawiono puszkę w wodzie do czasu ostygnięcia.

#### Metoda 3 (według zaleceń producenta)

- Faza I, II, III IV temperatura standardowa (pokojowa).
- Faza V – masa w tej fazie została wtłoczona powoli do formy pod ciśnieniem czterech atmosfer. Po sprasowaniu masy i umieszczeniu puszkę w ramce i w pojemniku z zimną wodą temperaturę podniesiono do 80°C i wytrzymało w niej przez 15 min. Z kolei podniesiono temperaturę do 100°C i gotowano 45 min. tym okresie wyłączano gotowanie i pozostawiono do ostygnięcia puszkę w wodzie.

#### Metoda 4 (długi okres polimeryzacji końcowej)

- Faza I, II, III, IV temperatura standardowa (pokojowa)
- Faza V - masa w tej fazie została powoli wtłoczona do form pod ciśnieniem czterech atmosfer, a następnie puszkę z ramką umieszczano w wodzie o temperaturze 100°C. Po wyłączeniu ogrzewania pozostawiano ją na 10 godzin, poczym znów włączano gotowanie do momentu osiągnięcia 100°C. Puszkę z ramką gotowała się przez 30 minut. Po tym okresie wyłączano gotowanie i pozostawiono puszkę do ostygnięcia w wodzie.

### 3. MATERIAŁY PRZEZNACZONE DO BADAŃ

Badania zostały wykonane na polimetakrylanie metylu o nazwie handlowej Meliodent Heat Cure firmy Heraeus Kulzer GmbH

### 4. WYKONANIE PRÓBEK DO BADAŃ TWARDOŚCI

Formy dwóch próbek zostały wykonane z drewna (rys.1):

- forma walcowata o wymiarach 30 mm, średnica 15 mm
- forma prostopadłościanu o wymiarach 57mm i szerokość 10 x 10 mm



Rys.1,2,3. Przygotowanie negatywu form

W następnym etapie pracy próbki zostały zainkludowane w specjalnej masie silikonowej o nazwie handlowej Orma Plus Lab (rys. 2), aby idealnie odwzorować przygotowane drewniane formy.

Następnie zainkludowane formy zostały zatopione pionowo w gipsie w części dolnej puszkii protetycznej, a następnie po odizolowaniu powierzchni gipsowej została odlana część górna puszkii. Po otwarciu puszkii i wyjęciu z masy silikonowej pierwowzorów próbek otrzymano negatywy form (rys.3).

## 5. OCENA TWARDOŚCI MATERIAŁÓW PRZEZNACZONYCH DO BADAŃ

Badania mikrotwardości materiału zostały wykonane metodą Rockwella i Shore'a.

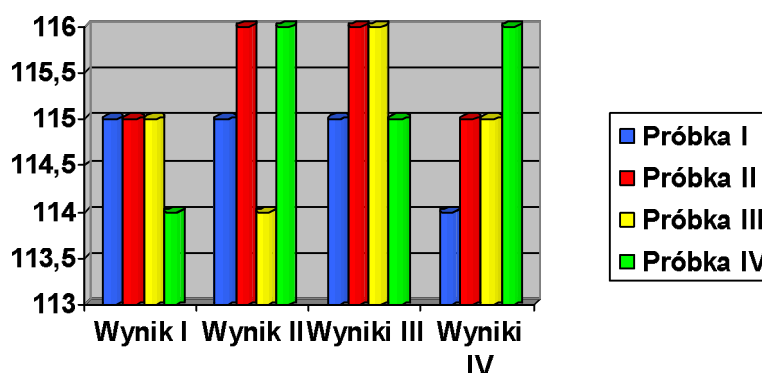
Średnia wyników badań Rockwella dla próbki 1 z czterech miejsc powierzchni wyniosła 114,75 HRL, dla próbki 2 115,5 HRL, dla próbki 3 115 HRL, dla próbki 4 115,25 HRL. Największą twardość wykazano dla próbki 2 i 4.

Średnia wyników badań Shore'a z czterech punktów powierzchni próbki nr 1 wyniosła 79,6 HS, dla próbki 2 81,4 HS, dla próbki 3 80,2 HS, dla próbki nr 4 81,8 HS. Wyniki badań Rockwella i Shore'a wykazały wpływ wstępnej jak i końcowej polimeryzacji próbki 4 i 2 na twardość warstwy wierzchniej materiałów przeznaczonych do badań.

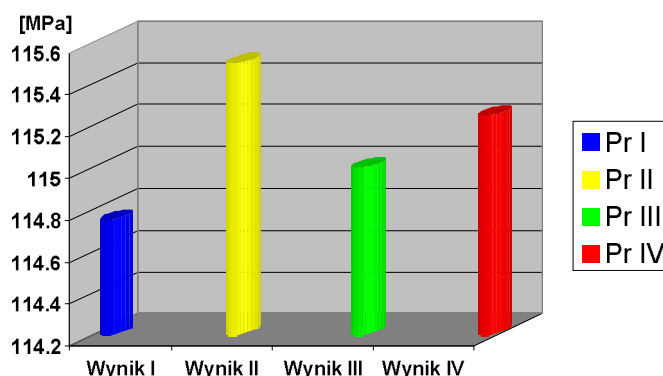
### Metoda według Rockwella

Wyniki badań twardości według Rockwella dla następujących parametrów:

- obciążenie wstępne 98,07 N
  - obciążenie główne 588,4 N
  - średnica węgelnika  $6,35 \pm 0.015$  mm
- podano na rysunku 4.



Rys. 4. Wyniki badań twardości próbki I, II, III, IV

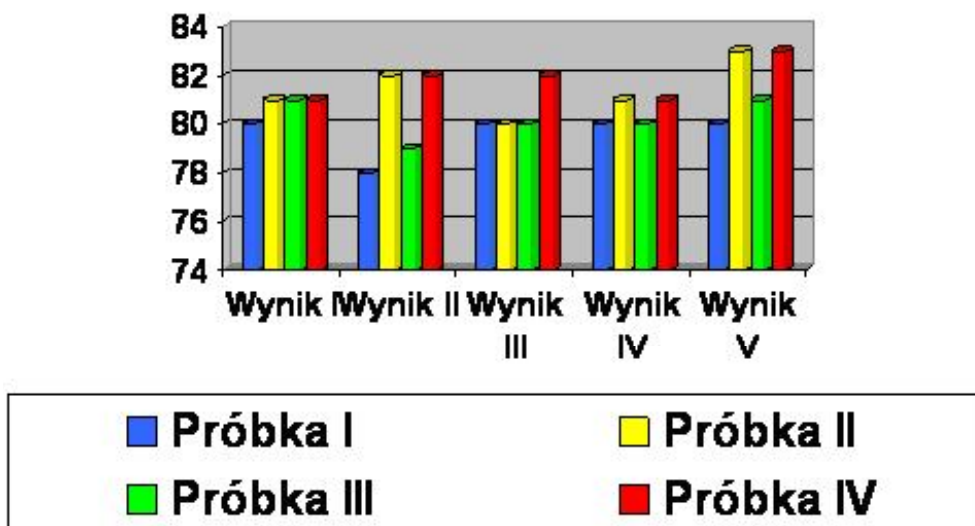


Rys. 5. Średnia próbek według Rocwella

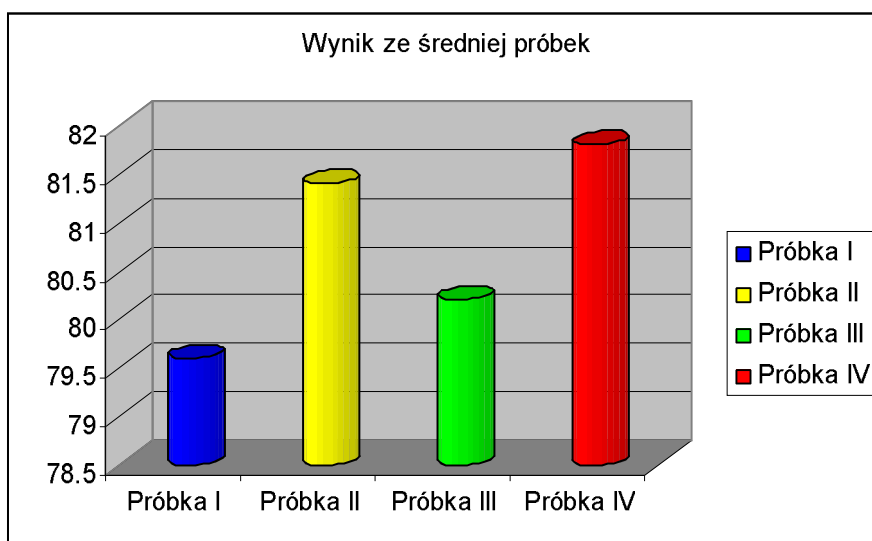
Natomiast średnie wartości twardości powierzchniowej badanych próbek podano na rysunku 5.

### Metoda według Shoer`a

Wynik badań twardości próbek I, II, III, IV według Shore`a zamieszczono na rysunku 6.



Rys. 6. Wynik próbek, według Shoer`a



Rys. 7. Wynik średniej próbek, według Shoer`a

Średnie wartości twardości powierzchniowej dla badanych próbek zamieszczono na rysunku 7.

## 6. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK DO BADAŃ STRUKTURALNYCH MIKROSKOPOWYCH

Pierwszym etapem przygotowania preparatów do badań było inkludowanie krążków akrylowych w żywicy Metafix-20.

Właściwa objętość żywicy akrylowej w stosunku do wielkości próbki ma decydujące znaczenie dla uzyskania prawidłowej oprawy. Zalanie małej próbki w foremce o średnicy 40 mm powoduje wydzielenie nadmiernego ciepła wskutek zachodzącej reakcji chemicznej podczas wiązania żywicy. Może to doprowadzić w niektórych przypadkach do zniszczenia próbki i powstania bardzo dużego skurczu.

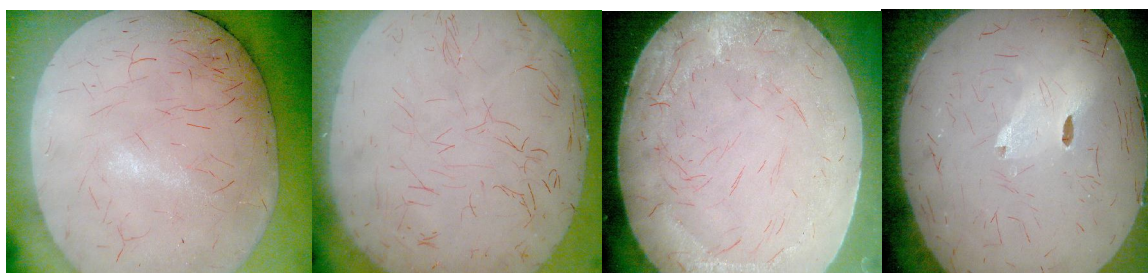
O ile to możliwe należy tak dobierać średnicę foremki, aby odległość między ściankami foremki, a próbką wynosiła ok. 5 mm (/0.2”).

## 7. WYNIKI BADAŃ STRUKTURALNYCH PRÓBEK

Badania makrostruktury przy pomocy mikroskopu stereoskopowego i metalograficznego ujawniły w próbce 1 rys. 8 artefakty w postaci mikroporów świadczących o nieprawidłowo przeprowadzonym procesie polimeryzacji (zbyt szybkie podnoszenie temperatury i zbyt gwałtowne chłodzenie próbki). Podobne efekty można zauważyć w próbce 3 rys. 10. Umiejscowione są one na około obrzeża, sięgając 1/3 powierzchni badanej próbki. Świadczą o tym, że zastosowanie zaleceń producenta dotyczące wykonania standardowej grubości płyty protezy wynoszącej około 2 – 3 mm nie spełnia zadania w stosunku do badanej próbki, której średnica wynosiła 15 mm.

Puste przestrzenie w próbce 4 rys. 11 świadczą jedynie o tym, że w czasie procesu włączania masy akrylanowej do formy przez przypadek zostało w niej zamknięte powietrze. Sama struktura masy akrylanowej jest prawidłowa.

W próbce nr 2 rys. 9 nie zaobserwowano żadnych uszkodzeń struktury materiału, które świadczą o prawidłowo przeprowadzonym procesie polimeryzacyjnym.



Rys. 8. Próbką 1.

Rys.9. Próbką 2.

Rys. 10. Próbką 3.

Rys. 11. Próbką 4.

## 8. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań i analiz można przedstawić, co następuje:

1. Gwarancją otrzymania materiału polimeryzacyjnego spełniającego prawidłowe wymagania mechaniczne, fizyczne, chemiczne czy też biologiczne jest właściwie przeprowadzony proces polimeryzacyjny, w którym w zależności od grubości materiału należy przedłużyć proces wstępnej polimeryzacji.
2. Wyniki badań makro i mikrostruktury ujawniły negatywny wpływ przeprowadzonych procesów polimeryzacyjnych w próbce 1 i 3.
3. Badania mikrotwardości według Rckwella i Shore'a potwierdziły wpływ procesów polimeryzacyjnych na twardość i strukturę materiału.

## LITERATURA

- [1] M. Blicharski.: Wstęp do Inżynierii Materiałowej. WN-T, Warszawa 1998.
- [2] W. Szlezynngier.: Tworzywa sztuczne Tom III. Rzeszów 1999.
- [3] Izabella Hyla.: Tworzywa sztuczne. WPS Gliwice 2000.
- [4] Z. Dyląg, A. Jakubowicz, Z. Orłoś .: Wytrzymałość materiałów, t. 1. Warszawa, WNT, 1999.
- [5] J. Pieluchowski, A. Puszyński.: Technologia wytwarzania tworzyw sztucznych WN-T Warszawa 2003.
- [6] E.C. Combe.: Wstęp do materiałoznawstwa stomatologicznego. Wydawnictwo Medyczne Sanmedica, Warszawa 1997.

### **INFLUENCE OF TIME AND POLYMERIZATION TECHNIQUES ON THE STRUCTURE OF RECEIVED HOT POLYMERIZED POLYMETHYL METHACRYLATE**

Summary. The aim of this work is to examine the influence of time and polymerization techniques on the structure of received hot polymerized polymethyl methacrylate.

The work range includes making samples according to various polymerization techniques depending on time and temperature, determination of micro-hardness as well as surface structural examination. Hardness examination according to Rckwella and Shore confirmed the influence of polymerization processes on the hardness and material structure.