

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

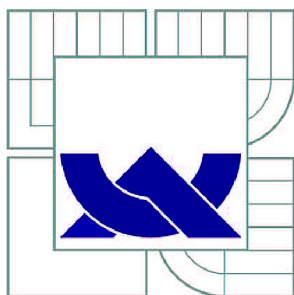
MODEL DENTÁLNÍHO MŮSTKU VYZTUŽENÉHO VLÁKNOVÝM
KOMPOZITEM

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. ROBERT HASALA

BRNO 2013



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

MODEL DENTÁLNÍHO MŮSTKU VYZTUŽENÉHO VLÁKNOVÝM KOMPOZITEM

MODEL OF FIBER REINFORCED COMPOSITE DENTAL BRIDGE

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

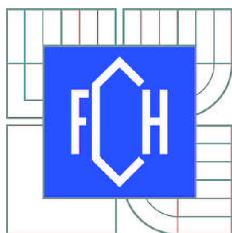
Bc. ROBERT HASALA

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. PETR POLÁČEK, Ph.D.

BRNO 2013



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

Zadání diplomové práce

Číslo diplomové práce:	FCH-DIP0668/2012	Akademický rok: 2012/2013
Ústav:	Ústav chemie materiálů	
Student(ka):	Bc. Robert Hasala	
Studijní program:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (N2820)	
Studijní obor:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808T016)	
Vedoucí práce	Ing. Petr Poláček, Ph.D.	
Konzultanti:		

Název diplomové práce:

Model dentálního můstku vyztuženého vláknovým kompozitem

Zadání diplomové práce:

Na modelu zjednodušeného tříčlenného zubního můstku na bázi částicového kompozitu vyztuženého vláknovým kompozitem bude pozorován charakter lomu při různém tvaru, typu a počtu vláknové výztuže.

Termín odevzdání diplomové práce: 3.5.2013

Diplomová práce se odevzdává ve třech exemplářích na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu diplomové práce. Toto zadání je přílohou diplomové práce.

Bc. Robert Hasala
Student(ka)

Ing. Petr Poláček, Ph.D.
Vedoucí práce

prof. RNDr. Josef Jančář, CSc.
Ředitel ústavu

V Brně, dne 31.1.2013

prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Tato diplomová práce se zabývá změnami mechanických vlastností v závislosti na použité geometrii výztuže, časového odstavu mezi vytvrzováním a měřením modelu zubního můstku. Dále byl studován a porovnáván vliv hydrotermálního namáhání na mechanické vlastnosti modelu zubního můstku.

Modely dentálních můstků byly vyztuženy dvěma typy vláken vyztužující kompozity. Jeden typ vláken byl použit s jednosměrně orientovanými vlákny a druhý se splétanými vlákny.

Bylo provedeno mechanické testování závislosti síly na deformaci modelu můstku. Konverze byla vypočítána na základě měření foto DSC a také byly pořízeny SEM a makro snímky zobrazující charakter lomu. Na mechanické vlastnosti můstků měl vliv nejen typ materiálu, ale také geometrie vyztužujících vláken a jejich vzájemná kombinace.

ABSTRACT

The diploma thesis aimed to changes of mechanical properties in the influence the use of geometry reinforcement, time delay between cure and measurement. Mechanical properties of model dental bridge observed effect of hydrothermal stress.

Dental bridges were reinforced two types of Fiber Reinforced Composites. The first reinforcement had straight unidirectional orientation. The second reinforcement had multidirectional orientation.

Mechanical testing was realized in the dependence at the force to deformation model of the dental bridge. Conversion was counted pursuant photo DSC measurement. The character of break was observed at SEM pictures and macro photos. Type of material and reinforcement fibers and their combination had important role at the mechanical properties.

KLÍČOVÁ SLOVA

Zubní můstky, vlákny vyztužené kompozity (FRC), mechanické vlastnosti

KEY WORDS

Dental bridges, Fiber reinforced composites (FRC), mechanical properties

HASALA, R. *Model dentálního můstku vyztuženého vláknovým kompozitem*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2013, 61 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Petr Poláček, Ph.D

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

.....
podpis studenta

PODĚKOVÁNÍ

Chtěl bych poděkovat vedoucímu práce panu Ing. Petru Poláčkovi, Ph.D. za odbornou pomoc a rady při realizaci této diplomové práce a dále bych chtěl také poděkovat Ing. Wasserbauerovy z CMV za realizaci snímků ze SEM.

Obsah

1	ÚVOD	7
2	TEORETICKÁ ČÁST	8
2.1	Struktura a složení zubu	8
2.1.1	Chemická struktura skloviny a dentinu	9
2.2	Kompozitní materiály	12
2.2.1	Částicové kompozity (PFC)	14
2.2.2	Vláknny vytužené kompozity (FRC)	16
2.3	Dentální materiály	19
2.3.1	Dentální pryskyřice	21
2.4	Aplikace dentálních materiálů	23
3	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	26
3.1	Materiál	26
3.2	Přístrojové vybavení	27
3.3	Metody	29
3.4	Příprava matrice	31
3.5	Příprava výztuží PFU a SFM pásků	32
3.6	Příprava modelů dentálních můstků	33
3.7	Příprava vzorků pro foto DSC	35
4	VÝSLEDKY A DISKUZE	36
4.1	TGA analýza komerčního částicového kompozitu	36
4.2	Mechanické testování modelů zubních můstků	37
4.2.1	Vliv geometrie	37
4.2.2	Hydrotermální namáhání	45
4.2.3	Závislost mechanických vlastností na časovém odstupu mezi vytvrzením a měřením	48
4.2.4	Polymerační charakteristika v závislosti na časovém odstupu mezi vytvrzením a měřením	51
4.3	SEM snímky vybraných vzorků po ohybových testech	56
5	ZÁVĚR	61
6	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	62

1 ÚVOD

Materiály vyztužené vlákny (FRC) nejsou výdobytkem moderní vědy a pokroku, nýbrž jsou známé lidmi po tisíce let. Sama příroda využívá kompozitní materiály po mnoho milionů let. Mez nejznámější přírodní kompozity patří např. dřevo, kde celulóza je vyztužena ligninovými vlákny. Člověk se inspiroval přírodou o několik tisíciletí později, kdy začal využívat předností jednotlivých různorodých materiálů, k tvorbě materiálů s novými a notně vylepšenými vlastnostmi. Příkladem mohou být hlíněné cihly vyztužené stébly slámy nebo koňské žíně sloužící jako výztuha vápenných omítek používané na stropy místností. Vývoj kompozitních materiálů je velice progresivní, což je patrné ze stále širšího uplatnění v různých odvětví lidské činnosti. Postupně tak dochází k nahrazování konvenčních materiálů, jako je ocel, hliník a jiných, novými moderními polymerními kompozity, které vynikají daleko nižší hmotností při zachování stejné nebo dokonce vyšší pevnosti. Díky těmto vlastnostem nacházejí místo v leteckém, lodním, automobilovém průmyslu, ale také ve vojenství, kde také byly použity jako první.

Vývoj FRC se nezastavil pouze u konstrukce dopravních prostředků a vojenské techniky, ale v posledních desetiletí proniká do oblasti dentální medicíny, kde začíná pomalu nahrazovat tradiční kovové a keramické implantáty, které mají své nevýhody. Hlavním aplikačním nedostatkem kovů je hlavně estetická funkce a u keramiky potom fakt, že je velmi křehká, což může vést ke vzniku defektů v její struktuře. Tyto neduhy odstraňují polymerní kompozity, které jsou schopny splnit požadavky na mechanickou odolnost i estetickou funkci. Na rozdíl od konvenčních materiálů jsou celkem snadno zpracovatelné a i aplikace je uživatelsky přívětivá. Tyto vyjmenované vlastnosti z nich dělají výborné materiály pro přípravu různých dlah, můstků, korunek a jiných konstrukcí využívaných ve stomatologii.

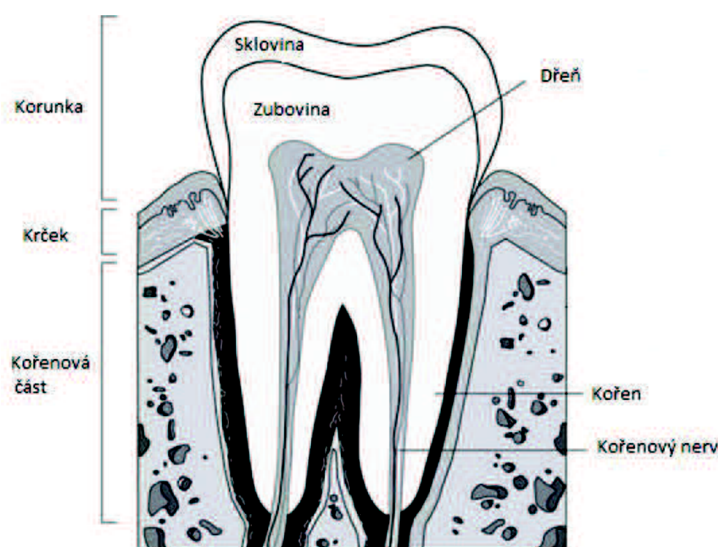
Cílem této diplomové práce je otestovat mechanické vlastnosti v závislosti na použité geometrii výztuže a orientaci vláken. Dále bude zkoumána hydrotermální stabilita a vliv časového odstupu mezi dobou vytvrzení a měřením a výsledky budou srovnány se záznamy z foto DSC. Na závěr práce budou pořízeny snímky ze skenovacího elektronového mikroskopu a budou pořízeny makro fotografie.

2 TEORETICKÁ ČÁST

V teoretické části bude věnována pozornost základním pojmům v oblasti zubního lékařství. Bude pojednáno o nepoužívanějších typech dentálních pryskyřic a jejich monomerech. V další části bude brán zřetel na obvykle používané výztuže, ať to budou skleněná vlákna, tak i částicové materiály. Závěr teoretické části se bude zabývat aplikací dentálních materiálů.

2.1 Struktura a složení zubu

Zuby jsou orgány bílé až nažloutlé barvy, které svou konzistencí připomínají kosti a však se jedná o vysoce specializované deriváty ústní sliznice. Mezi základní stavební jednotky chrupu (obr. 1) patří *sklovina* vrchní obalový materiál dentinu a obsahuje cca 97% anorganických látek a je tak nejtvrďší tkáň v lidském těle. *Zubovina (dentin)* tvoří ze všech zubních částí tu nejsilnější část, a také udává zubu jeho základní tvar. Dentin obsahuje více jak 70% anorganických látek, které vytvářejí strukturu pevnější než je kostní tkáň. *Kořen a zubní krček* je pokryt vrstvou cementu (z 70% je tvořen minerálními látkami). Vrstva cementu je nejsilnější v oblasti kořene a naopak nejslabší v okolí zubního krčku, což také vysvětluje častý výskyt zubního kazu v této oblasti. *Zubní dřev* je měkká narůžovělá hmota převážně tvořená řídkým vazivem, jímž prochází krevní a mízní cévy a také se zde bohatě větví nervová zakončení z čehož plyne, že tato tkáň je velmi citlivá [1].



Obrázek 1: Schematické znázornění zubu s hlavními částmi

2.1.1 Chemická struktura skloviny a dentinu

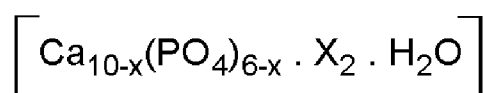
Chemická struktura skloviny

Střední hustota skloviny se pohybuje v intervalu od 2,8 do 3,0 kg/m³ v závislosti na její vyzrálosti, chemickém složení a místě odběru vzorku. Tvrdost udávaná dle Knoopovi stupnice je 250 KHN a v blízkosti rozhraní sklovina-dentin nabývá hodnot až 390 KHN. Sloučeniny tvořící sklovinu jsou převážně anorganické povahy, jejich množství kolísá v rozmezí 93 - 98%. Dalším významným zástupcem je voda, která se podílí na tvorbě skloviny v rozmezí 1,5 -4% z celkové hmotnosti zubu. Voda se vyskytuje v zubní sklovině jednak jako vázána v krystalech hydroxyapatitů (HA), ale také ve volném stavu.

Zbylé procenta zastoupení látek tvořící sklovinu jsou složky organické povahy např. proteiny či lipidy.

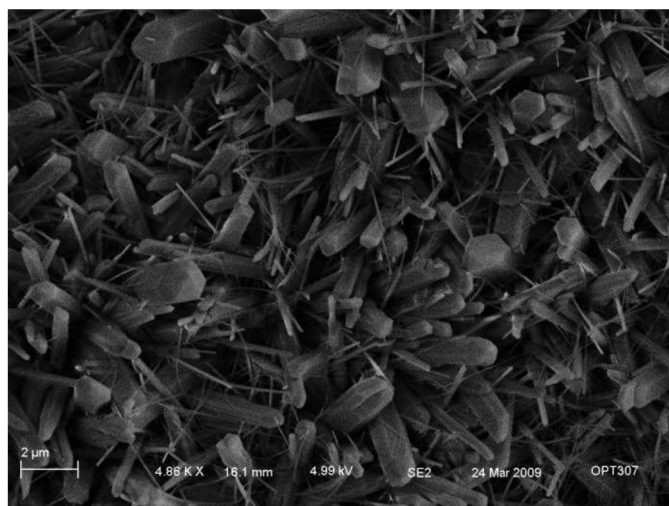
Významnou roli hraje ve složení skloviny skladba stravy a věk. Bylo zjištěno, že na různých místech skloviny existuje rozdílné zastoupení jednotlivých komponent [2]. To je zřejmě způsobeno, kolísáním koncentrace jednotlivých prvků, přičemž u prvků jako jsou fluor, chlór, železo a jiné dochází ve směru k dentinu ke snižování jejich koncentrace.

Vápník a fosfor společně vytvářejí malé krystaly apatitu, který je vyjádřen následujícím obecným vzorcem (viz obr. 2).

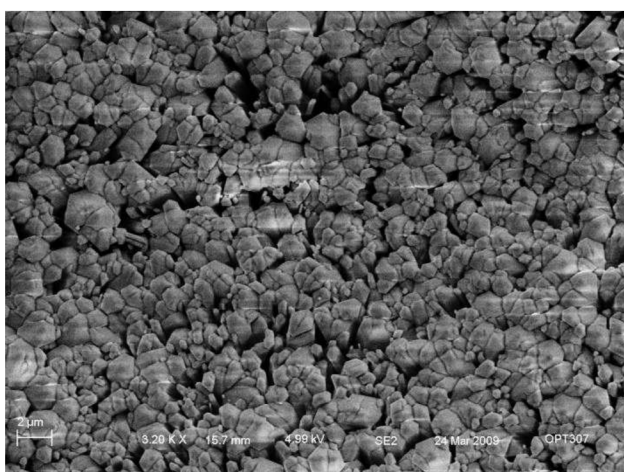


Obrázek 2: Obecný vzorec apatitu

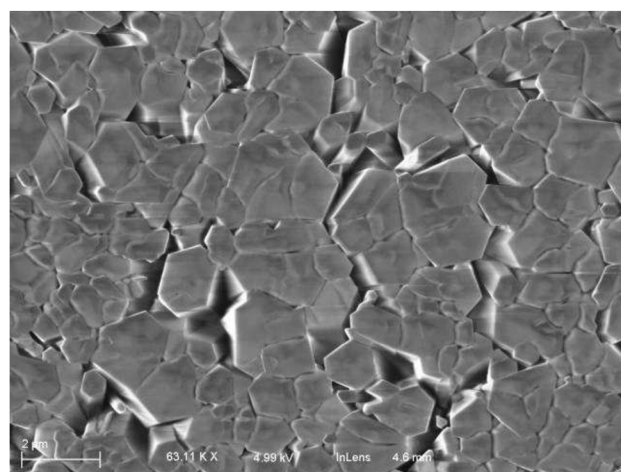
V praxi v důsledku kolísání obsahu vápníku, fosfátů a také zejména působením uhličitánů a hydrogenuhličitánů vznikají nestechiometrické apatitové krystaly. Nejodolnější formou apatitu vůči zubnímu kazu je fluoroapatit a naopak nejméně odolnou formou je hydroxyapatit, který bývá znečištěn uhličitany. Struktura HA má hexagonální tvar, jak je znázorněno na obr. 3a, 3b, 3c. Základní stavební jednotkou apatitů tvoří tetraedry PO₄⁻³.



(a)



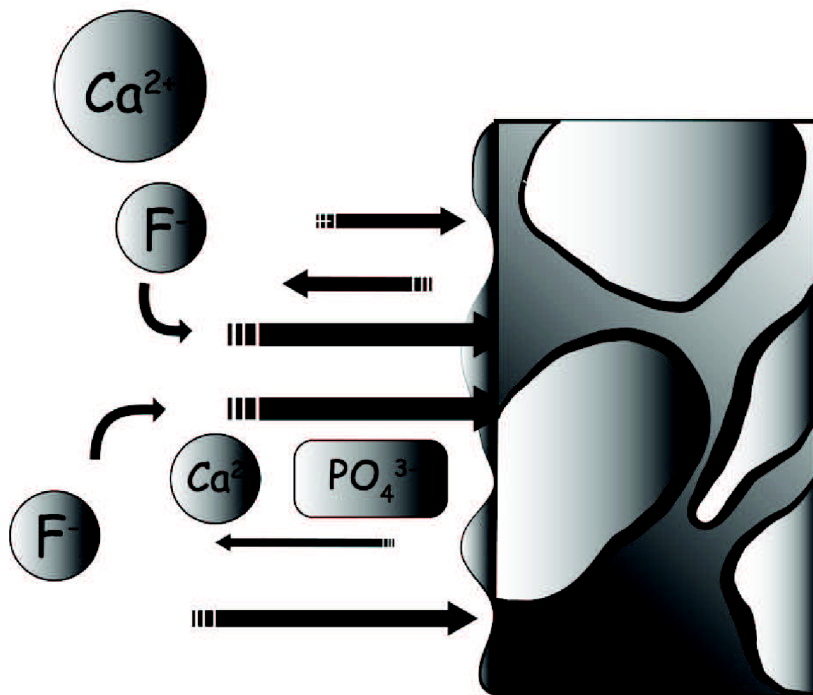
(b)



(c)

Obrázek 3: Ukázky SEM snímků hexagonální struktury hydroxyapatitů [3]

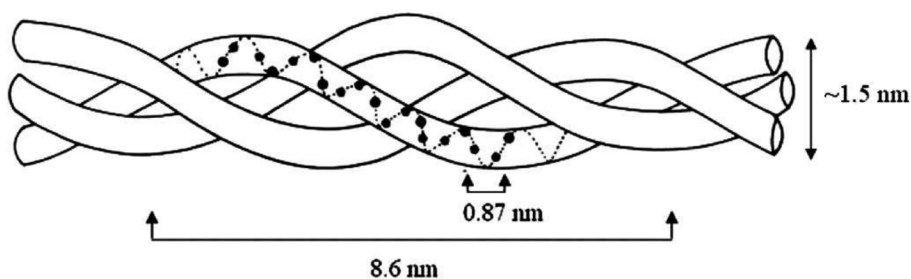
Díky svému uspořádání je možná snadná výměna iontů ve struktuře apatitů, potažmo celá sklovina vykazuje vlastnosti molekulárního síta. Tento proces výměny iontů je schematicky znázorněn na obr. 4.



Obrázek 4: Schéma výměny iontů na zubní sklovině

Chemická struktura dentinu

Ve srovnání se zubní sklovinou je dentin živá tkáň, která je podstatně méně mineralizovaná než výše uvedená zubní sklovina. Zastoupení anorganických látek se pohybuje okolo 70% a organické látky se podílí asi 20%, zbylá procenta zastupuje voda. Nejvýznamnější organickou látkou je kolagen (struktura je schematicky vyobrazena na obr. 5) a jeho deriváty (asi 90%). Kolagen je protein o proměnlivém složení aminokyselin v závislosti na jeho výskytu v organismu. Struktura kolagenu je tvořena, tzv. triple helixy. Každé vlákno této šroubovice je tvořeno levotočivými α -helixy. Oproti sklovině je dentin velmi pružný a neformovatelný a také má poměrně vysokou permeabilitu, což je dáno jeho pórovitostí. V tabulce 1 jsou shrnuty procentuální zastoupení významných prvků v zubní sklovině a dentinu a také jsou srovnány s procentuálním zastoupením v kostech.



Obrázek 5: Struktura kolagenu [4]

Tabulka 1: Procentuální zastoupení významných prvků

Složka	Sklovina [%]	Dentin [%]	Kost [%]
Vápník	36,50	35,10	34,10
Fosfor	17,70	16,90	15,20
Sodík	0,50	0,60	0,90
Hořčík	0,44	1,23	0,72
Draslík	0,01	0,05	0,03
Uhličitan	3,50	5,60	7,40
Fluorid	0,01	0,06	0,03
Chlorid	0,30	0,01	0,13
Pyrofosfát	0,02	0,10	0,07
Celkem anorganické látky	97,00	70,00	65,00
Celkem organické látky	1,50	20,00	25,00
Vázaná voda	1,50	10,00	10,00

2.2 Kompozitní materiály

Kompozitní materiály jsou vysoce ceněny díky synergickému účinku jednotlivých komponent, tzn., že potřebnou pevnost pryskyřici, která sama osobě má ve vytvrzeném stavu malou pevnost dodává až vložená výztuž v podobě vláken či různých tkanin vyráběných s různých materiálů. Počátky výroby se datují do 70. let minulého století. Od 1970 se zvýšila produkce polymerů vyztuženými vlákny přibližně 4- krát, ze 320kt na 1200kt. [5]

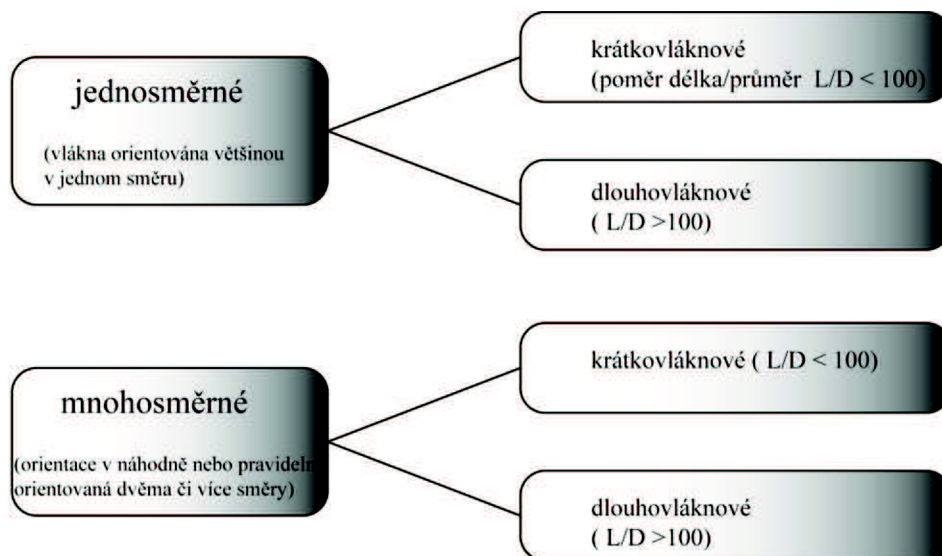
Kompozitní materiály můžeme dělit s několika hledisek. Pokud budeme sledovat matrice, tak dělíme na termoplasty a termosety. Pro termoplastické matrice je typické, že za zvýšené teploty měknou a při dosažení určité teploty charakteristické pro daný polymer tečou. Po ochlazení se vrací zpět do pevného skupenství. Typické pro termoplasty jsou dlouhé makromolekuly tvořené opakováním jednoho strukturního motivu. Tyto makromolekuly jsou k sobě poutány pouze vzájemnými interakcemi např. van der Waalsovi, vodíkovými můstky. Termosetické matrice jsou za laboratorních podmínek viskózní kapaliny, které pro své vytvrzení potřebují chemickou reakci vyvolanou účinkem katalyzátorů a iniciátorů. Na rozdíl od termoplastů vytváří termosety po vytvrzení 3D polymerní síť, která v ideálním případě

vytváří jednu makromolekulu a tedy po zahřátí stále udržuje tuhou konzistenci.[5-6] Některé výhody a nevýhody termosetů a termoplastů jsou shrnuty v tabulce 2.

Tabulka 2: Vybrané rozdíly mezi termoplasty a termosety [5-6]

	Termoplasty	Termosety
Matrice	Polymerovaná, vysokoviskozní tavenina, špatně se spojuje lepením	Nevytvrzená, nízkoviskozní, dobře se spojuje lepením a opatřuje nátěrem
Cena matrice	Nízká, ale i vysoká	Nízká
Předimpregnace	Obtížné smáčení a prosycování	Snadné
Cena předimpregnace	Vysoká	Nízká
Skladování	Neomezeně skladovatelné	Omezená skladovatelnost (v chladu), reakce pomalu pokračuje
Mechanické vlastnosti	Houževnaté, sklon ke creepu	Dynamicky zatížitelné, křehký lom
Chování za tepla	Výrazné změknutí při T_g	Méně závislé na teplotě
Stárnutí	Málo odolné až odolné	Velmi odolné proti stárnutí
Možnost opravy	Omezená	Dobrá

Další možný pohled na rozdělení kompozitů je z hlediska použití výztuže, která může být vláknová či částicová. Vláknové kompozity dále dělíme na jednosměrné a mnohoseměrné viz obr 6.



Obrázek 6: Schéma rozdělení vláknových kompozitů

2.2.1 Částicové kompozity (PFC)

Vývoj částicových kompozitů datujeme do 60. let minulého století. Průkopníkem plněných polymerů je považován polyvinylchlorid (PVC). PVC se zpočátku plnilo vápencem nebo křídou za účelem snížení výrobní ceny tohoto materiálu při zachování stejných vlastností. Současný trend je zcela opačný, kdy cíleně přidávkem plniva příznivě ovlivňujeme výsledné vlastnosti polymerního materiálu. Na plniva jsou kladeny poměrně vysoké nároky, které ovlivňují jeho cenu. Plnivo tudíž tvoří významnou část ceny hotového dílce.

Obsah plniv se běžně pohybuje v rozpětí 20- 80 hmot. %. Velikost částic je odvislá od použití daného PFC pro konkrétní účel (viz níže rozdělení PFC). Pro dentální účely slouží jako plniva především skla typu E, S₂, nebo silikáty typu Mg(OH)₂, CaCO₃ s různorodými tvary částic (kulovitý, jehlicovitý, destičkovitý).

Výsledné mechanické vlastnosti částicového kompozitu značně ovlivňuje právě použité plnivo. PFC vynikají svou otěruvzdorností, tvrdostí, teplotní stálostí a na rozdíl od vlákných vyztužených kompozitů mají vyšší modul pružnosti v tahu a vykazují menší polymerační smrštění.

Plniva dělíme do několika kategorií:

- Makročástečková plniva
- Mikročástečková plniva
- Hybridní plniva

Makročástečková plniva

Na výrobu těchto částic se používá silika, sklo (křemičité, strontnaté, barnaté, a jiné) či keramické materiály. Velikost částic se pohybuje v intervalu od 5 μ m do 30 μ m. Povrch kompozitů díky rozdílné tvrdosti matrice a plniva umožňuje hydrolyzu povrchové vrstvy, což vede k neustálému vydrolování této vrstvy plniva, následkem je, že vrstvu nelze dlouhodobě vyleštit. Z toho tedy vyplývá, že pokud chybí vyleštěná povrchová vrstva, stává se makročástečkový kompozit méně odolným vůči působení vnějších vlivů. Navíc přidávkem rentgenoktrastních látek (např. baryum, stroncium), které již jsou obsaženy v plnivu, dochází ke zvýšení rozpustnosti ve vodě a uvolňování iontů těžkých kovů do ústní dutiny. Kvůli estetickým vlastnostem, jsou dnes samostatně používány méně.

Mikročástečková plniva

Velikost mikročástečkových plniv se standardně pohybuje v rozměrech menších jak 1 μ m. Typickou vlastností je velký specifický povrch (50 až 400 m²/kg). Důsledkem je velmi výrazné zvyšování viskozity matrice. Pro lepší zpracování byla vyvinuta tzv. nehomogenní plniva, která se připravují rozemletím již připraveného PFC, který se postupně přidává do nové matrice. Takto se dají připravit PFC o obsahu plniva dosahujících až 80% hmotnosti. Kulovité částice siliky se získávají hydrolyzou chloridu křemičitého ve vodíko-kyslíkovém plameni. Na rozdíl od makroplniv jsou mikroplniva leštitelné a ponechávají si vysoký lesk. Jsou odolnější vůči otěru než mikročástečkové kompozity, ale také mají své nevýhody, viz tabulka 3.

Tabulka 3: Vybrané výhody a nevýhody plniv

	Makroplniva	Mikroplniva
Možnost leštění	omezeně lešitelné	vysoce lešitelné
Odolnost vůči otěru	vydroluje se	vynikající odolnost
Rentgenokонтраст	výborný	špatný
Nasákavost vodou	nižší	vyšší
Polymerační smrštění	nižší	vyšší

S velkou výhodou je možné kombinovat vlastnosti obou typů plniv, potom hovoříme o tzv. hybridních plnivech.

Hybridní plniva

Jedná se o kompozici makro a mikročástic siliky. Celkové množství plniva je rozloženo ve prospěch makroplniv, které je zastoupeno v intervalu 85 – 90% hm. Zbýlá procenta většinou tvoří mikroplniva [2].

2.2.2 Vlákny vyztužené kompozity (FRC)

Vlákny vyztužené kompozity jsou materiály kombinující vlastnosti pevných vláken a snadno deformovatelných pojiv (pryskyřic). Tento vyztužující účinek je především odvislý od adheze mezi vláknem a matricí. Obecně platí, že čím je vyšší adheze vlákna k matrici tím lépe, se přenáší a transformuje smykové napětí s pojiva na tahové napětí na vlákno, které ho do určité míry absorbuje bez poškození matrice. Pojivo má tedy především funkci ochranou, udržuje vlákna v námi požadované orientaci a také slouží jako přenašeč deformačního napětí na vlákno.

Významnou roli hraje objem vyztužujících vláken v matrici, jejich délka, orientace, adheze vůči matrici. Obsah výtzuže je vyjádřen objemovým zlomkem vláken, vztažených na celkový objem kompozitního dílce (viz vztah uvedený níže).

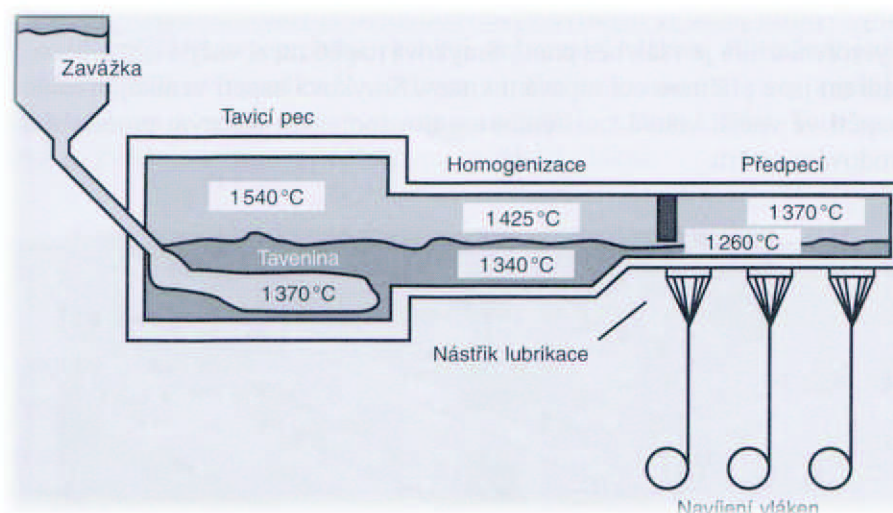
$$v_f = \frac{V_f}{V_{celk}} \quad (1)$$

Rozeznáváme několik typů vláken dle použitého materiálu:

- Skleněná vlákna
- Aramidová vlákna
- Uhlíková vlákna
- Polyvinylalkoholová vlákna

Skleněná vlákna (GF)

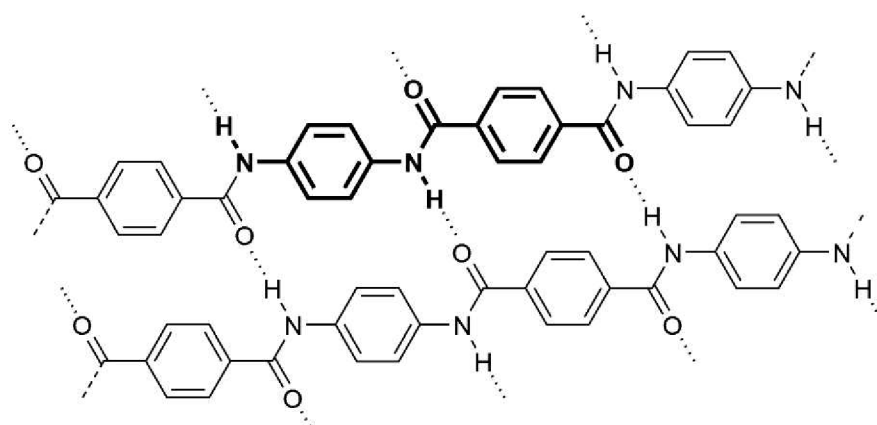
Skleněná vlákna se nejčastěji používají s kruhovým průřezem o průměru 3,5-24 μ m. U GF rozlišujeme jejich složení, z čehož vyplývá označení různých typů sklovin. Nejčastěji používané GF jsou typu E. E- sklovina se vyznačuje výbornými elektricky izolačními vlastnostmi a vysokou propustností pro záření. E-vlákna se považují za standardní typ a výroba zaujímá 90% všech vyráběných typů skleněných vláken. Sklovina s vyšší pevností asi o 40% - 70% než typ E se nazývá S-sklovina. Dalšími typy sklovin jsou např. C-sklovina, která má zvýšenou odolnost vůči působení proti kyselinám a jiným agresivním chemickým látkám nebo D- sklovina s velmi nízkou dielektrickou konstantou. Výroba GF se provádí tažením z platinových trysek, viz schéma výroby na obrázku 7.



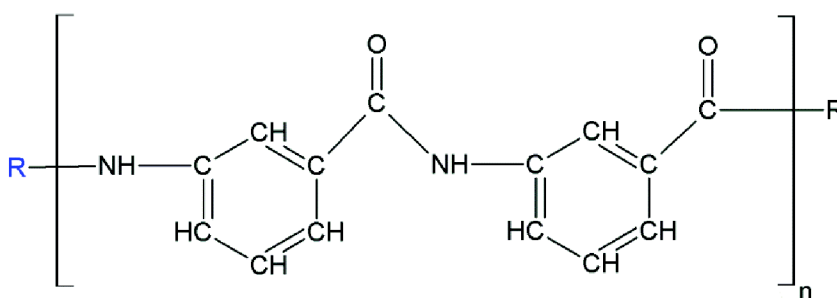
Obrázek 7: Proces výroby skleněných vláken [5]

Aramidová vlákna (AF)

Aramidová vlákna tvoří lineárně uspořádané polyamidy, viz obr. 8. Jejich hlavní předností je pevnost a tuhost a také vysoká odolnost vůči otěru. Své uplatnění nachází v leteckém průmyslu a vojenství. Teoretická pevnost dosahuje hodnot okolo 200 GPa. Tato výjimečná pevnost je dána uspořádáním fenylových jader s amidovými skupinami propojených pomocí vodíkových můstků. Průměr běžně vyráběného AF je okolo 12 μ m s hustotou 1,45 g/cm³. Hodnota hustoty AF je nejnižší ze všech používaných vláken ve formě výztuží. Zajímavou vlastností je, že při působení (např. UV záření) dochází ke značnému snížení pevnosti vláken. Obchodní název pro AF je KEVLAR (fa DuPont) jedná se o p-aramid a nebo NOMEX, což je m-aramid (viz obr. 9).



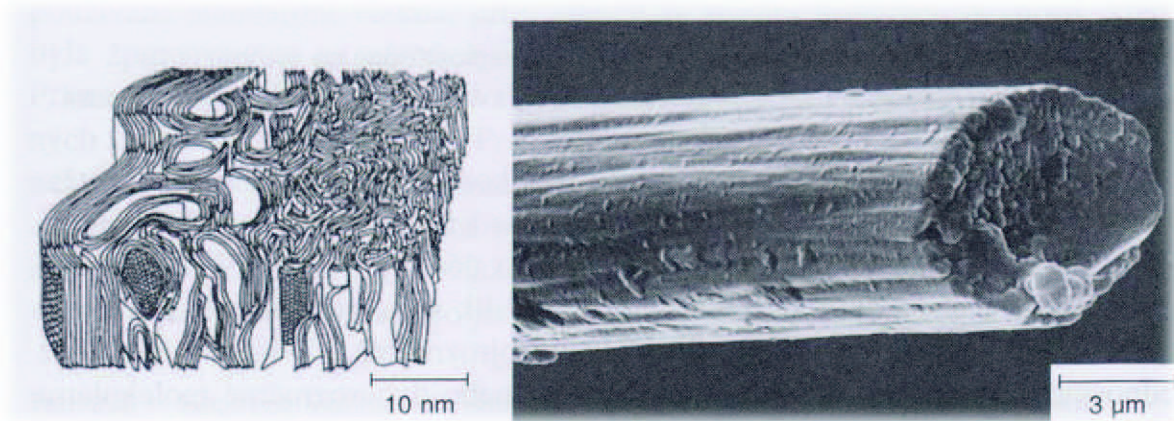
Obrázek 8: p-aramidová vlákna (KEVLAR) [7]



Obrázek 9: m-aramidová vlákna (NOMEX)

Uhlíková vlákna (CF)

Pro uhlíková vlákna (viz obr. 10) je charakteristická jejich velmi vysoká pevnost a tuhost. Na druhou stranu mají nízkou měrnou hmotnost. Mezi významné nevýhody patří jejich značná křehkost a také výrobní cena. CF se vyrábějí karbonizací organických surovin (např. polyakrylonitrilová vlákna), tak že při teplotě okolo 1800°C se všechny organické látky odštěpí a zůstává pouze uhlík. CF rozdělujeme v závislosti na způsobu přípravy na vysoko modulová (vznikají při teplotách v rozmezí 2000 až 2800°C) a s vysokou pevností (v intervalu 900 až 1500°C). CF obsahují více jak 90 % uhlíku, zbylé procenta zastupují dusík (< 7 %), kyslík (< 1 %) a vodík (< 0,3 %).



Obrázek 10: Struktura uhlíkového vlákna [5]

2.3 Dentální materiály

Dentální materiály musí především splňovat podmínku biokompatibilitu s živými tkáněmi lidského organismu. Materiály používané v dentální medicíně můžeme rozdělit mimo jiné dle své povahy na kovové, keramické či polymerní kompozitní materiály.

Z kovových materiálů se díky poměrně snadné opracovatelnosti vyrábí korunky, můstky, protetické náhrady a další. Nevýhodou je možná elektrochemická koroze, která může být příčinou chronického dráždění sliznice nebo může způsobovat bolest v ústní dutině [8].

Keramické materiály jsou obecně krystalické, tvrdé, nevodivé materiály s vysokým bodem tání. Keramické materiály nacházejí uplatnění při konstrukci korunek na titanových platformách [9]. Příprava keramických materiálů spočívá v pyrochemické reakci, ze které

vzniká práškový materiál, který se po smísení s vodou tvaruje pomocí forem a následně se vypaluje. Po výpalu dostáváme hrubý materiál, který se musí dále pokrýt glazurou (povrchová vrstva) [10].

Amalgamové výplně z pohledu ekologické likvidace odpadů začínají být problematické. A také rostou požadavky na estetiku dentálních náhrad. Tyto problémy řeší polymerní kompozitní materiály, která našli své místo pro konstrukci zubních můstků, dlah, korunek, atd. (obr. 11) [11].



Obrázek 11: Možnost použití polymerního kompozitu jako dentální dlahy [12]

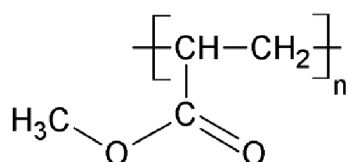
Dentální polymerní kompozity obsahují tyto nezbytné komponenty zabezpečující jejich biokompatibilitu a požadavek na estetičnost:

- Organická matrice
- Výztuž vláknová, částicová či hybridní
- Inciátory
- Pigmenty
- Stabilizátory
- Surfaktanty
- UV-absorbéry

2.3.1 Dentální pryskyřice

Methyl methakrylát (MMA) a jeho polymer polymetha methylkrylát (PMMA) jsou průkopníky akrylátových pryskyřic používaných v klinické praxi. MMA je za pokojové teploty transparentní kapalina, která vyniká jako organické rozpouštědlo. PMMA je pozoruhodný svou číroostí a vysokou stabilitou. Chemicky je odolný asi do teploty 125 °C, poté měkne a může být zpracováván např. lisováním jako jiné běžné termoplasty.

Typickou vlastností všech akrylátových pryskyřic je určitá tendence k absorpci vody. Sorpce vody je závislá na teplotě a hmotnosti polymeru. Obecně lze říci, že pryskyřice je schopna přijmout za týden asi 0,5% hmotnostních vody. Menší molekuly nabírají vodu méně než ty velké, což je pravděpodobně ovlivněno počtem karboxylových skupin v pryskyřici, které jsou schopny vytvářet vodíkové můstky a tím poutat vodu [13-14].

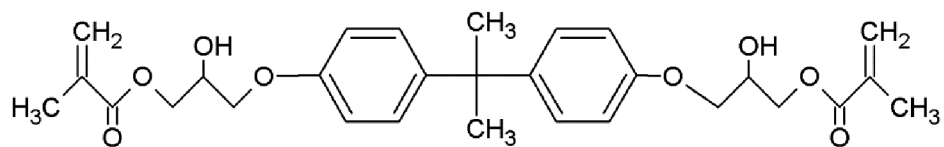


Obrázek 12: obecné schéma PMMA

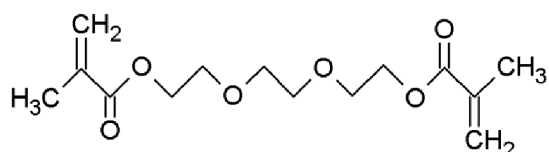
Avšak, průlom v dentálních materiálech přinesl výzkum R. L. Bowena, kterému se podařilo syntetizovat monomer bis-GMA, neboli 2, 2-bis-[4-(2-hydroxy-3-methakryloyloxypropoxy)-fenyl]propan viz obr. 3a. Obvykle se bis-GMA připravuje z bisfenolu A a glycidylmethakrylátu viz obr. 14. Čistá bis-GMA má velmi vysokou hustotu, kterou způsobují intramolekulární vodíkové vazby. Ke snížení viskozity a tedy zlepšení zpracovatelnosti se používají monomery s nižší viskozitou, tzv. *regulátory viskozity (viscosity controllers)*. Typickým zástupcem nízko viskózních monomerů je triethylenglykol dimethakrylát (TEGDMA) viz obr. 13b. Nevýhodou tohoto monomeru jsou její hydrofilní vlastnosti.

Porovnáme-li tuhost monomeru TEGDMA s monomerem bis-GMA je patrná vyšší tuhost druhého jmenovaného. Tento jev je způsoben vázanými aromatickými jádry ve struktuře bis-GMA. Důsledkem je, že při zvyšování obsahu monomeru bis-GMA, dochází ke snižování stupně konverze, avšak nedochází ke ztrátě pevnosti a tuhosti vytvrzeného kopolymeru. To můžeme vysvětlit tím, že bis-GMA obsahuje aromatické skupiny, které omezují rotaci kolem jednoduchých vazeb na rozdíl od regulátoru viskozity (TEGDMA), která je poměrně flexibilní díky přítomnosti etherových skupin. K zajištění co nejnižší viskozity a co nejvyššího stupně konverze byly vyvíjeny pryskyřice, které kombinují různé typy

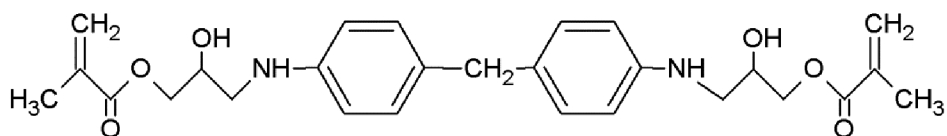
dimethakrylátů. Příkladem může být pryskyřice obsahující uretanové skupiny tzv. UEDMA viz obr. 13c.



(a)

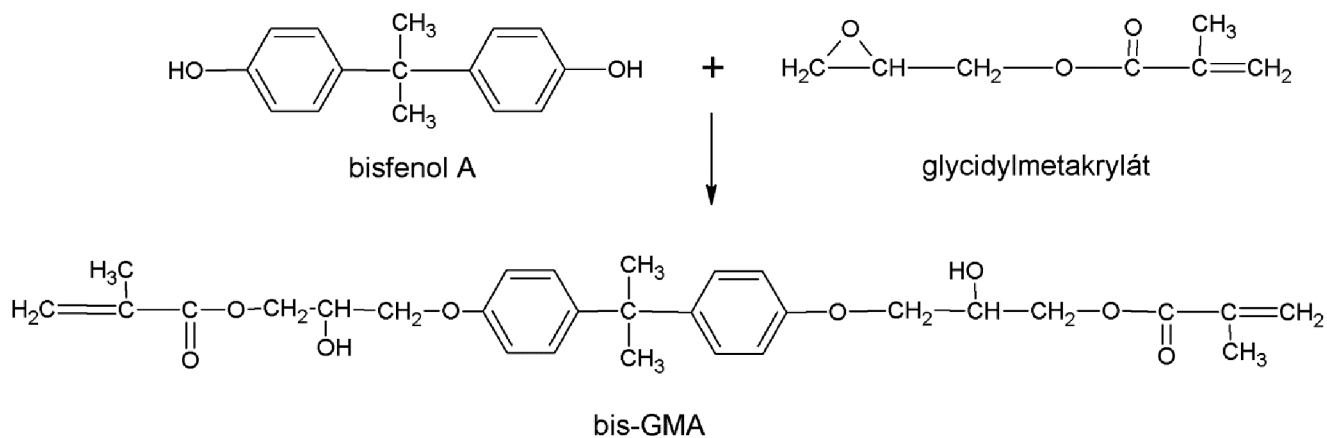


(b)



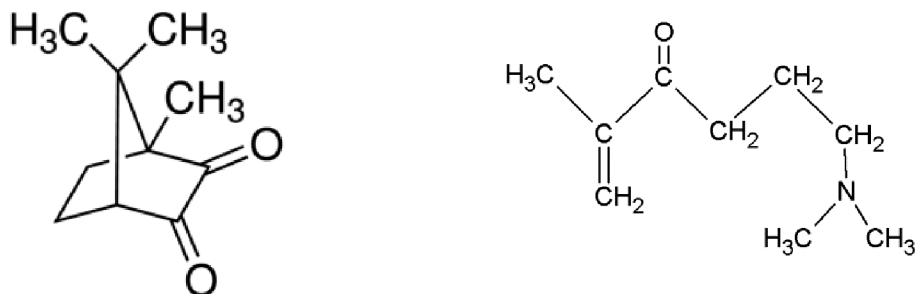
(c)

Obrázek 13: Strukturní vzorce monomerů bis-GMA (a), UEDMA (c) a regulátoru viskozity TEGDMA (b)



Obrázek 14: Schéma vzniku bis-GMA

K polymeraci bis-GMA se využívá fotochemické iniciace, kde jako iniciátory slouží camphorquinon (CQ) a 2-(dimethylamino)ethyl methakrylat (DMAEMA) viz obr. 9a, 9b.



Obrázek 15: a) struktura camphorquinon [15], b) struktura 2-(dimethylamino)ethyl methakrylatu

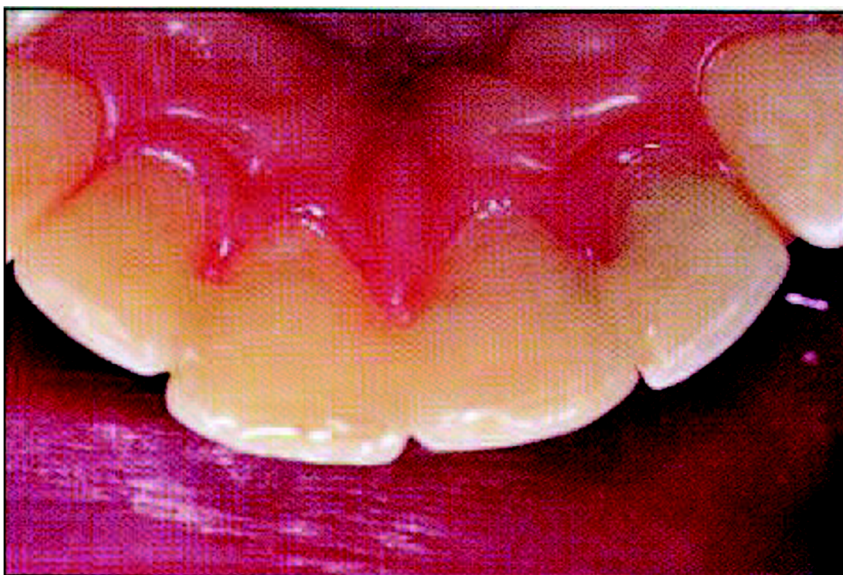
2.4 Aplikace dentálních materiálů

Dentální kompozity používané v této diplomové práci jsou vyráběny firmou ADM, a.s., které jsou značeny dle následující tabulky (tabulka 4).

Tabulka 4: Značení typů dentálních prepregů

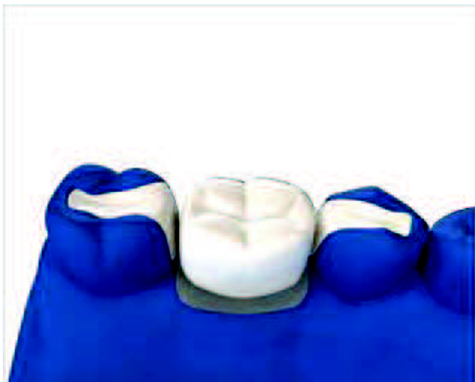
Použití	Průřez vláken	Orientace vláken
Konstrukce můstků = P	Ploché = F	jednosměrná = U
Výroba dlah = S	Ultraploché = UF	splétaná vlákna = M

Uplatnění nachází například pro fixaci zubů po odstranění rovnátek, neboť narovnané zuby mají tendenci se vracet zpět do původní polohy. Vláknový kompozit se z estetických důvodů aplikuje z linguální strany chrupu (viz obr. 17). Před samotnou aplikací se nejprve zaměří potřebná délka FRC a mezizubní prostory se „vyklínují“ tzv. rubberdamy, tím zajistíme suché pracovní prostředí. Dále se povrch leptá gelovitou 30-40% kyselinou fosforečnou. Gelová forma kyseliny má tu výhodu, že nestéká a zůstává námi na požadovaném místě. Asi po 30 až 60 sekundách H_3PO_4 opláchneme vodním sprejem a sklovinu vysušíme proudem vzduchu. Do míst, kde bude dlaha umístěna, se aplikuje nízkoviskózní částicový kompozit (flow kompozit), na který se umístí FRC dlaha a vytvrdí se pomocí modrého světla o určité vlnové délky a intenzity. Na závěr se znovu nanese slabá vrstva flow kompozitu, která se opětovně vytvrdí modrým světlem a povrch se vyleští do finální podoby [5-16-17].

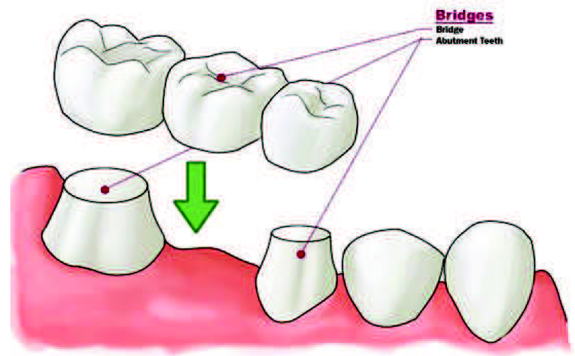


Obrázek 16: Linguální pohled na FRC vyztužující anteriorní zuby [17]

Zubní můstky se aplikují do míst, kde došlo k úplné ztrátě zubu. Rozlišujeme několik typů můstků. Nejběžnějšími typy jsou inlay, onlay a Marylandský můstek (viz obr. 17). Postup zabudování inlay můstků, spočívá v prvotní úpravě povrchu okolních zubů, ze kterých se vytvoří nejprve sádrová forma. Následně se změří vhodná délka FRC pomocí voskového pásku. Na sádrovou formu se poté vloží naměřený FRC a částečně se vytvrdí pomocí modrého světla a dá se zatím stranou. Po té na styčné plochy aplikujeme flow kompozit, který ovšem nevytvrzujeme. Vložíme zpět na styčné plochy okolních zubů FRC podpěru, která se „zanoří“ do vrstvy flow kompozitu a vytvrdíme modrým světlem. Na takto připravenou podpěru se vymodeluje z plastu zubní náhrada a připevní se pomocí adheziv a cementů. Na závěr celou konstrukci vyleštíme.



a)



(b)



(c)

Obrázek 17: a) inlay [18], b) onlay [19], c) Marylandský můstek [20]

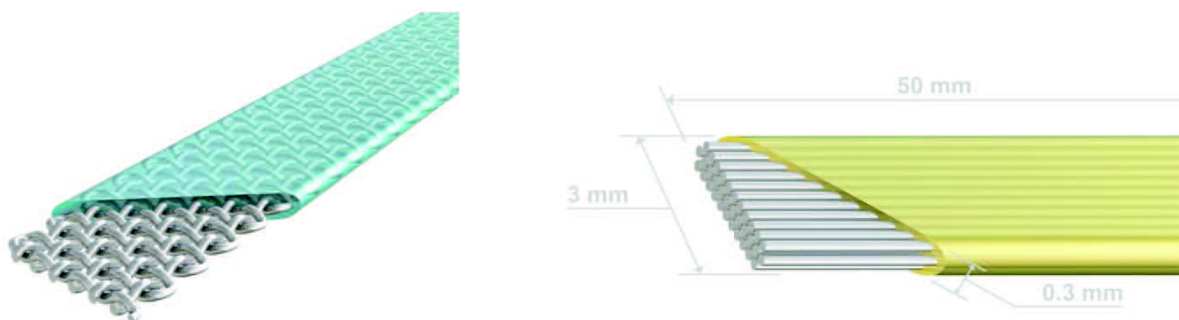
3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Materiály

Na přípravu matric byly používány monomery triethylenglykol dimehtakrylát (TEGDMA) a 2,2-bis-[4-(2-hydroxy-3-methakryloyloxy-propoxy)-fenyl]propan (Bis-GMA). Oba monomery byly od firmy Sigma-Aldrich. Jelikož tyto monomery byly vyvrzovány fotochemickou ionizací, byly jako iniciátory použity camphorquinon a 2-(dimethylamino)ethyl methakrylát (Sigma-Aldrich). FRC výztuhy byly použity typy PFU (ploché jednosměrně orientované pásy) a SFM (ploché splétané pásy) s datem expirace 10. 5. 2015 (obr. 18). Do některých sérií vzorků byla přidávána mikrosilika GM-39923 firmy Schott. Také byly připraveny vzorky s komerčním kompozitem typu crown&bridge firmy ADM, a.s. s odstínem světlosti 2,5 a 3 (obr. 20). Na přípravu forem byl použit silikonový kaučuk Lukopren N 1522 a N1000 (Lučební závody Kolín).

Soupis materiálu:

- Bis-GMA (Sigma-Aldrich)
- TEGDMA (Sigma-Aldrich)
- Camphorquinon (Sigma-Aldrich)
- 2-(dimethylamino)etyl metakrylát (Sigma- Aldrich)
- PFU, SFM (ADM, a.s.)
- C&B (ADM, a.s.)
- Mikrosilika GM-39923UF0,4 (SCHOTT)
- Lukopren N1522, N1000 (Lučební závody, Kolín)



Obrázek 18: Vlevo splétaná vlákna SFM, vpravo jednosměrně orientovaná vlákna PFU



Obrázek 19: Tuby Dentapreg C&B.

3.2 Přístrojové vybavení

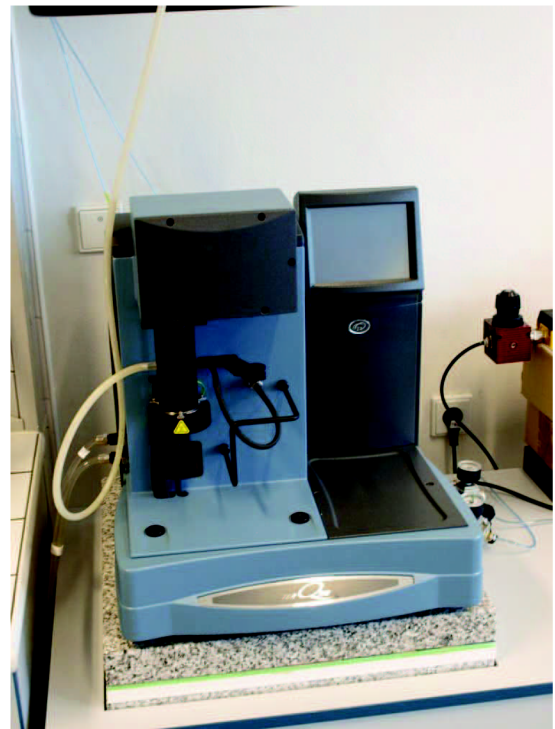
Na vytvrzování modelů zubních můstků byla použita vytvrzovací komora Targis Power (Ivoclar, Lichtenštejnsko). Na předvytvrzení pásků SFM, PFU byla použita LED lampa emitující modré světlo o vlnové délce 460nm. Mechanické zkoušky byly provedeny na univerzálním testovacím zařízení Zwick 010 (Zwick/Roell) viz obr. 20. Dále byl zjištěn obsah plniva v komerčním C&B kompozitu na přístroji TGA Q-500 (TA Instruments) viz obr. 21. Určení stupně konverze a polymerační rychlosti bylo provedeno na zařízení diferenční kompenzační fotokalorimetrie DSC 2920 (TA Instruments) viz obr. 22. Snímky ze skenovacího elektronového mikroskopu (SEM) byly pořízeny na zařízení ZEISS EVO/LS10 (ZEISS).

Soupis vybavení:

- Vytvrzovací komora Targis Power (Ivoclar, Lichtenštejnsko)
- LED vytvrzovací lampa (Blue Dent)
- Zwick 010 (Zwick/Roell)
- DSC 2920 (TA Instruments)
- TGA Q-500 (TA Instruments)
- SEM ZEISS EVO/LS10 (ZEISS)



Obrázek 20: Mechanické testovací zařízení Zwick 010



Obrázek 21: TGA Q-500 (TA Instruments)



Obrázek 22: DSC 2920(TA Instruments)

3.3 Metody

Diferenční kompenzační fotokalorimetrie

Měření probíhalo v inertní dusíkové atmosféře s průtokem dusíku 70ml/min s ohřevem na 35°C. Vzorek byl osvětlován rtuťovou lampou po dobu 10min. Data byla zaznamenávána po uplynutí 60s od zahájení měření a k osvitu vzorku došlo až po dalších 30s od začátku zápisu dat. Filtr FSQ-BG40 (Newport) byl použit na kontrolu vlnové délky, vlastnost tohoto filtru spočívá v propustnosti záření o vlnové délce okolo 470nm.

Výpočet teoretické hodnoty polymeračního tepla při 100% konverzi dvojných vazeb C=C je dána rovnicí:

$$\Delta Q_t = \frac{2\Delta Q_0(n_{BisGMA} + n_{TEGDMA})}{(m_{BisGMA} + m_{TEGDMA})} \quad [J \cdot g^{-1}] \quad (2)$$

, kde ΔQ_0 je teplo polymerace metylmetakrylátu, jehož hodnota je $Q_0 = 54\,800 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$, n je látkové množství v molech a m je hmotnost pryskyřice v gramech, $\Delta Q_t = 298,64 \text{ [J/g]}$. Dle rovnice *Ban* a *Hasegawa* byl vypočten stupeň konverze dvojných vazeb:

$$P_{C=C} = \frac{\Delta Q}{\Delta Q_t} * 10 \quad [\%] \quad (3)$$

, kde ΔQ je naměřená hodnota polymeračního tepla a ΔQ_t je celkové teoretické teplo při 100% konverzi dvojných vazeb. Rychlost polymerace R_p lze vypočítat dle vztahu uvedeného níže:

$$R_p = \frac{h\rho}{\Delta Q_0} \quad [mol \cdot l^{-1} \cdot s^{-1}] \quad (4)$$

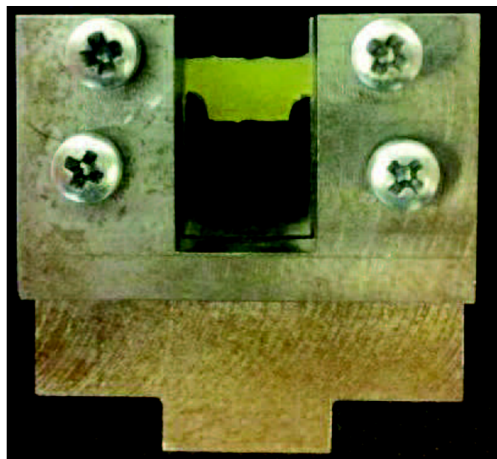
, kde h je tepelný tok [$W \cdot g^{-1}$], ρ je hustota materiálu [$g \cdot l^{-1}$] a ΔQ_0 hodnota polymeračního tepla metylmetakrylátu [$J \cdot mol^{-1}$]

Mechanické testy

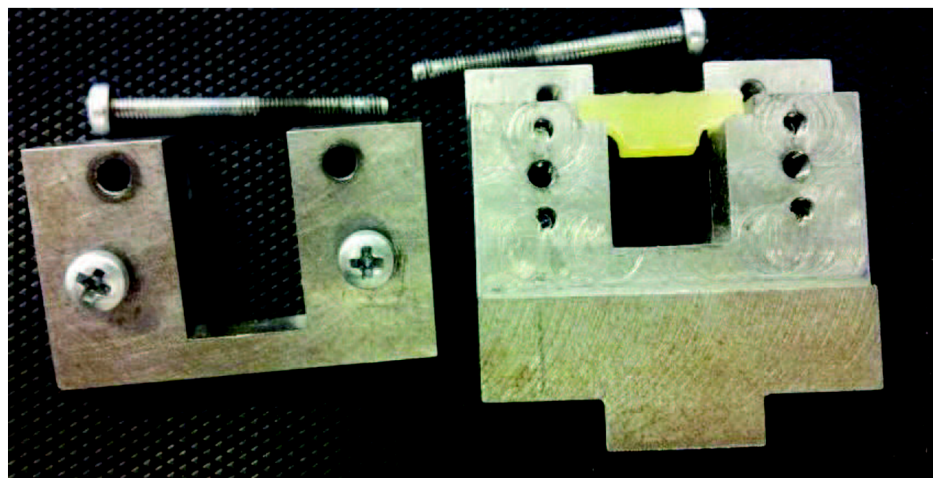
Testování připravených trámečků probíhalo na univerzálním testovacím zařízení ZWICK 010. Model dentálního můstku byl testován v modifikované formě tříbodového ohybu za laboratorních podmínek ve speciálně zkonstruovaných čelistech (obr. 23) Testovací rychlost byla nastavena na 2mm/min. Vzorky byly testovány až do jejich úplného lomu. U této zkoušky bylo sledováno maximální zatížení působící na vzorek. Model můstku byl uchycen

mezi dva díly čelistí a utažen momentem 15 N.cm (obr. 24) Poloměr zatěžovacího trnu byl 1,5mm. Hodnoty maximální síly ohybu zkušebních těles byly stanoveny pro vzorky bez plniva a s 20% hm. mikrosiliky pro všech 7 možných orientací. Dále byly provedeny ohybové testy u vzorků s kombinací prohnutých pásků SFM a rovných PFU, u kterých se sledovala hydrotermální stabilita. Tyto vzorky byly opakovaně po dobu 14 dní v jednodenních cyklech zahřívány ve vodě na teplotu 100°C a následně vloženy do teplotní komory s teplotou -26°C.

Modely zubních můstků s kombinací prohnutých pásků SFM a rovných PFU byly také zkoušeny v závislosti na časovém odstupu od vytvrzení. Všechna měření byla provedena pro všechny tři typy matric (bez plniva, s plnivem, komerční částicový kompozit). Chyba měření se pohybovala v intervalu 20-30%, pro výpočet směrodatné odchylky by bylo potřeba udělat série vzorků po 10 až 15 modelech můstků. V grafech jsou proto uvedeny křivky vizuálně vybraných modelů dentálních můstků.



Obrázek 23: Pohled na testovací čelisti s upnutým modelem dentálního můstku



Obrázek 24: Pohled na otevřené čelisti s modelem můstku

Termogravimetrická analýza (TGA)

Provedením TGA byla zjištěna hodnota plniva v komerčním C&B kompozitu. Měření bylo započato dosažením teploty 50°C a ukončeno bylo při teplotě 500°C. Bylo měřeno v inertní dusíkové atmosféře s teplotním gradientem 5°C za minutu.

Skenovací elektronová mikroskopie (SEM)

Místa lomu na vybraných testovacích modelech byly pozorovány elektronovým mikroskopem ZEISS EVO/LS10. Povrch vzorků byl pokoven v inertní atmosféře dusíku Au/Pd v tloušťce vrstvy asi 6nm.

3.4 Příprava matrice

Viskozita monomeru Bis-GMA byla snížena ohřátím na teplotu na 60°C. Poté k monomeru Bis-GMA, hliníkovou fólií, obalené kádinky byl přidán monomer TEGDMA v hmotnostním poměru 1:1 a na magnetickém míchadle byla směs obou monomerů míchána po dobu 20min. Po uplynutí 20min bylo přidáno 0,2% hmotnostních camphorquinonu a 0,3 % hmotnostních 2-(dimethylamino)ethyl methakrylátu a opět bylo 20min mícháno na magnetickém míchadle ovšem již v temnu, aby bylo zabráněno předčasnému vytvrzení pryskyřice. Z takto připravené pryskyřice byla část odebrána (23g). Do této odebrané části bylo přidáno 20% hmotnostních mikrosiliky. Plnivo bylo sušeno při teplotě 150°C 24 hodin. Údaje o použitém plnivu jsou shrnuty v tabulce 5.

Tabulka 5: Základní fyzikální údaje o plnivu

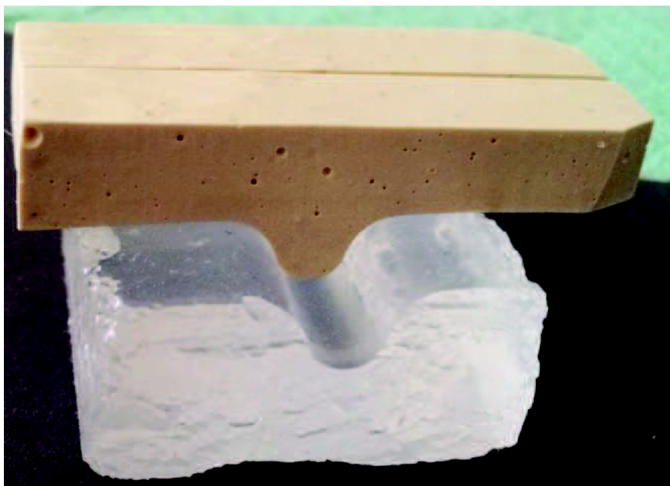
zrnitost d_{50} [μ]	hustota [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]	index lomu [n_d]
0,4 \pm 1	2,8	1,52

Pozn.: Plnivo bylo dodáno s povrchovou úpravou pomocí 3-(trimetoxysilyl)propyl metakrylátem

Vytvrzování matrice probíhalo ve vytvrzovací komoře Targis Power (Ivoclar). Vytvrzovací program byl nastaven na 3min vytvrzování a 1min chlazení. U modelů můstků připravených s komerčního C&B kompozitu, byly vzorky po ukončení vytvrzování přetočeny na druhou stranu a vytvrzovány za stejných podmínek ještě jednou.

3.5 Příprava vláknových výztuží

PFU byly ustřiženy na délku 18mm a vloženy mezi dvě podložní sklíčka, abychom tím docílili srovnání tvaru vláken. V této fázi také proběhlo jejich částečné vytvrzení pomocí LED lampy s modrým světlem o vlnové délce 460nm. SFM pásy (i některé PFU) se vkládaly do forem jako prohnuté, délka těchto pásků byla 21mm. Tohoto tvaru bylo docíleno použitím formy vyobrazené na obr. 25. Oba typy pásků byly ozařovány po dobu 30s a následně vloženy do formy pro výrobu zkušebních těles.


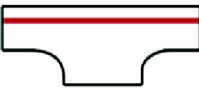
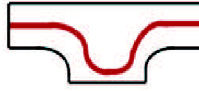
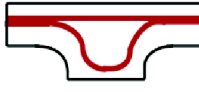
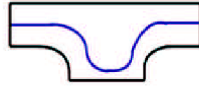
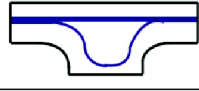
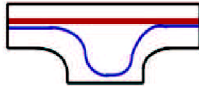


Obrázek 21: pohled na kaučukovou formu pro přípravu FRC

3.6 Příprava modelů dentálních můstků

Bylo připraveno 5 vzorků v každé sérii. Značení vzorků je zobrazeno v tabulce níže (tab. 6).

Tabulka 6: Použité značení pro ohybové testy, červeně vyznačené pásky byly PFU a modře SFM pásy

Schéma	Geometrie výztuže	Matrice	
		Bez plniva	S plnivem
	0	M-0	P-0
	1	M-1	P-1
	2	M-2	P-2
	3	M-3	P-3
	4	M-4	P-4
	5	M-5	P-5
	6	M-6	P-6

Dále byly připraveny modely můstků ze tří matic pro hydrotermální stabilitu. Byla vybrána kombinace vláken prohnutého SFM a rovného pásku PFU; označení vzorků je zobrazeno v tabulce (tab. 7).

Tabulka 7: Značení vzorků určených pro hydrotermální stabilitu

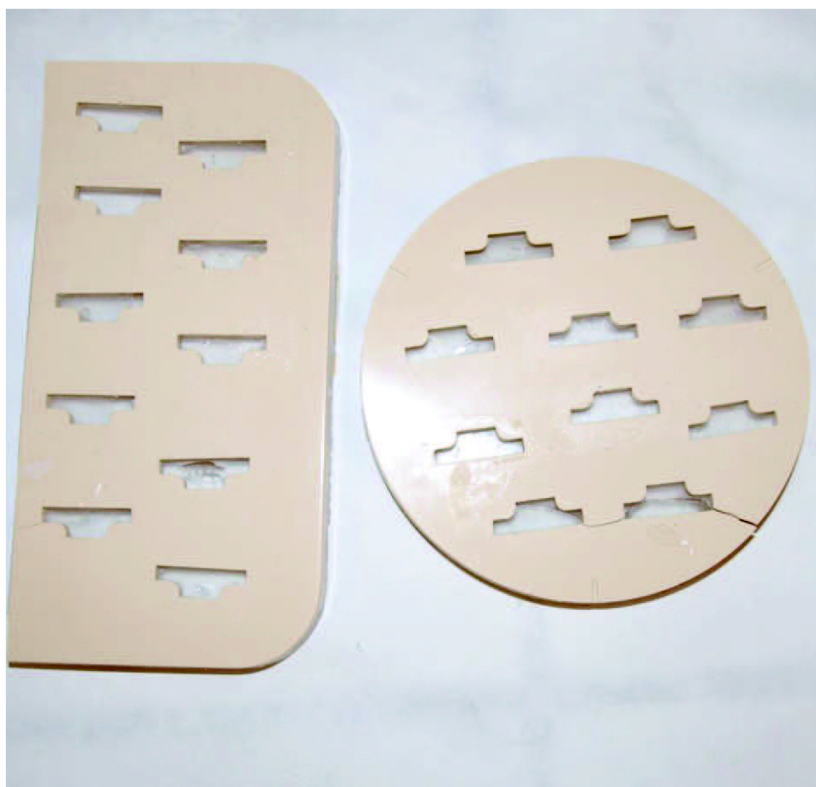
Typ matrice	Bez plniva	S plnivem	C&B
Označení	M-6-HT	P-6-HT	CB-6-HT

Kombinace vláken prohnutého pásku SFM a rovného PFU byla rovněž vybrána pro zhotovení modelů můstků připravených pro testování mechanických vlastností v závislosti na čase uplynutého od vytvrzení (označení je shrnuto v tabulce 8).

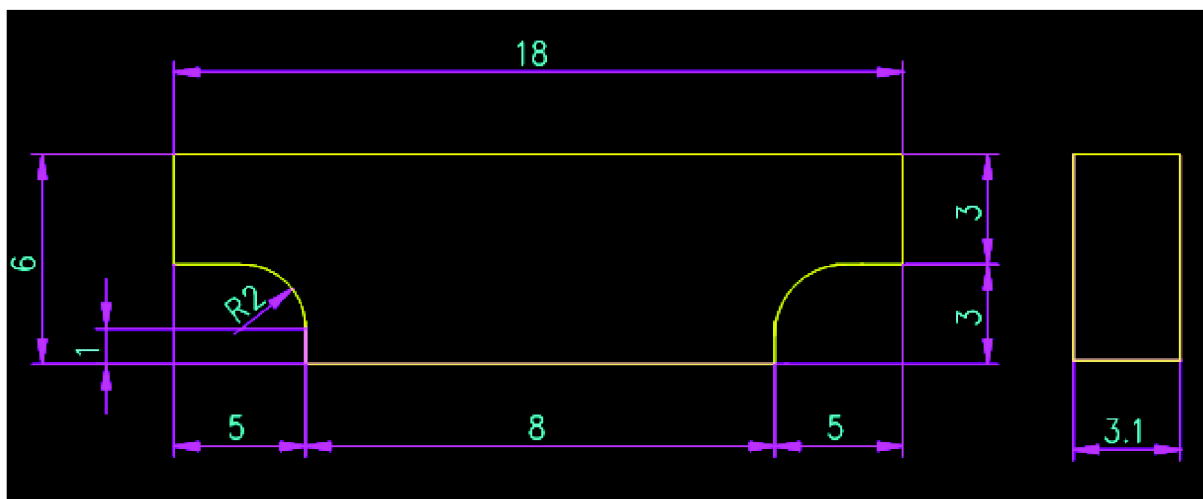
Tabulka 8: Značení modelů můstků pro mechanické testování s časovým odstupem od vytvrzení po měření

Časový odstup od vytvrzení po měření	Matrice		
	Bez plniva	S plnivem	C&B
ihned	M-6-i	P-6-i	CB-6-i
4 hodiny	M-6-4h	P-6-4h	CB-6-4h
2 dny	M-6-2d	P-6-2d	CB-6-2d

Vzorky byly připravovány ze směsi dvou silikonových kaučuků ve formách zobrazených na obrázku 26, které ze spodní strany byly průhledné. Formy byly zhotoveny odlitím podle přesných kovových modelů dentálních můstků. Rozměry zkušebního tělesa jsou zobrazeny na obr. 27.



Obrázek 22: formy pro výrobu můstků ze směsi silikonového kaučuku



Obrázek 27: Rozměry testovaných modelů dentálních můstků

3.7 Příprava vzorků pro foto DSC

Byla vybrána sada 12 hliníkových pánviček o podobné hmotnosti. Na hliníkové pánvičky bylo naváženo okolo 15mg vzorku a společně s referenční hliníkovou pánvičkou byla umístěna do měřícího zařízení. Pro měření byly použity pryskyřice s časovým odstupem od vytvrzení a měření. Také byly připraveny vzorky nevytvrzených matric. V tabulce 9 je ukázáno označení vzorků pro foto DSC.

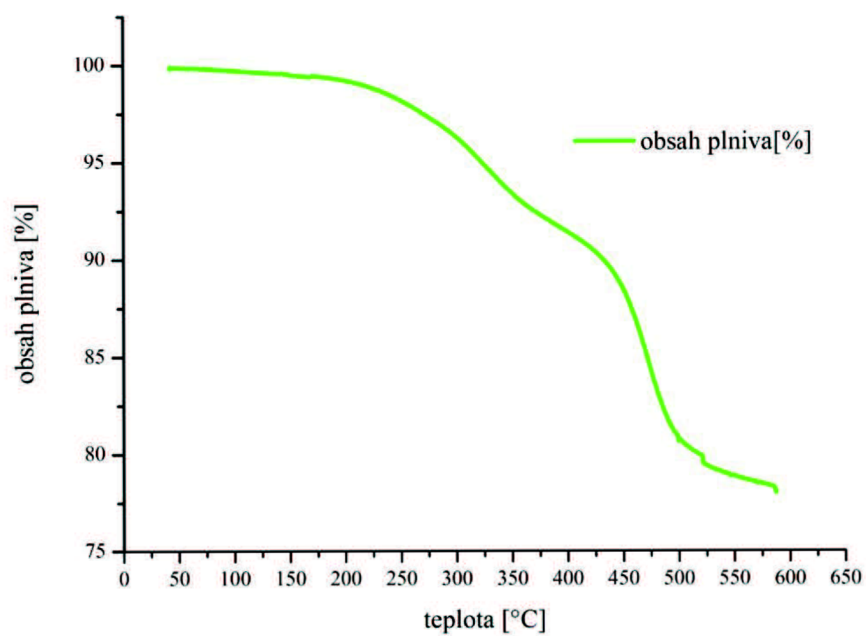
Tabulka 9: legenda k foto DSC

časový odstup od vytvrzení po měření	Matrice		
	Bez plniva	S plnivem	C&B
nevytvrzená	M-n	P-n	CB-n
ihned	M-i	P-i	CB-i
4 hodiny	M-4h	P-4h	CB-4h
2 dny	M-2d	P-2D	CB-2d

4 VÝSLEDKY A DISKUZE

4.1 TGA analýza komerčního částicového kompozitu

Na obr. 28 je zobrazen graf závislosti obsahu plniva v kompozitu na teplotě. Obsah plniva byl 78 % hmotnostních.

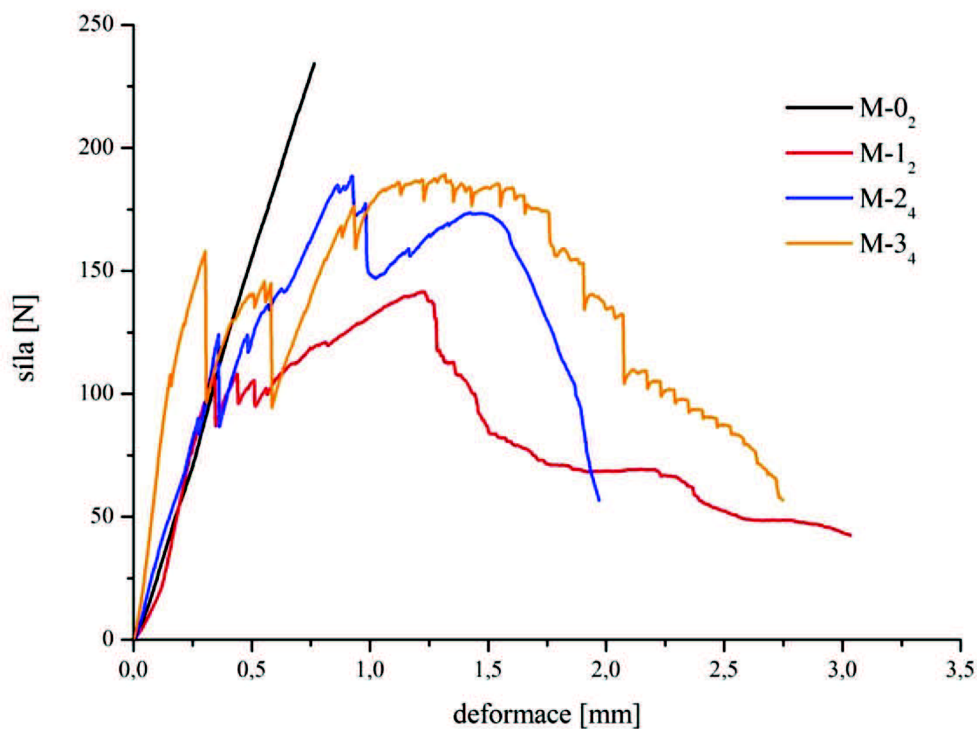


Obrázek 28: Termogravimetrický záznam komerčního kompozitu

4.2 Mechanické testování modelů zubních můstků

4.2.1 Vliv geometrie

Na obr. 29 je zobrazen graf pro zkušební tělesa připravené z pryskyřice bez plniva. Na sérii obrázků uvedených níže (obr. 32) jsou zobrazeny fotky testovací modelů patřící k jednotlivým křivkám v grafech. Vyšší deformace všech vyztužených můstků vyplývá z vyztužujícího efektu FRC. Kritickým místem je uchycení můstku v čelistech, kde dochází ke vzniku a šíření lomu v závislosti na geometrii vyztužení. Ve vzorku M-1 se šířil lom v podélném směru s vláknem. U vzorku M-2 se lom šířil dovnitř modelu můstku. U vzorku M-3 docházelo při vyšší deformaci jen k pozvolnému poklesu síly.

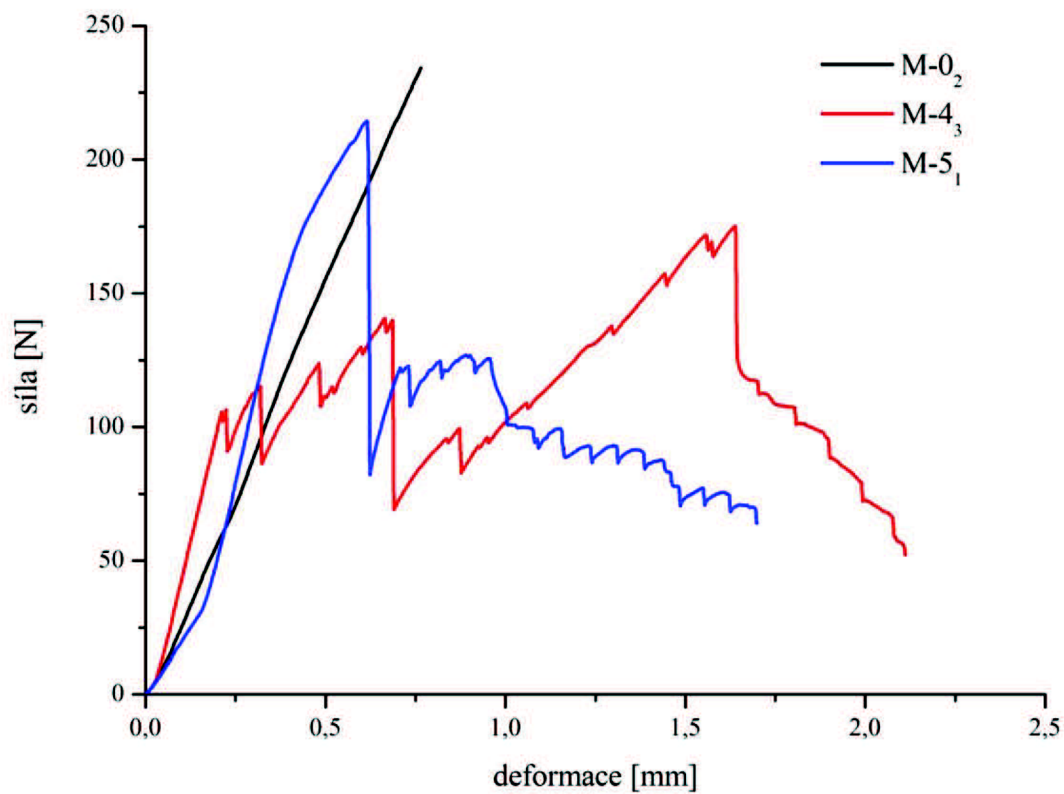


Obrázek 23: Graf zobrazující závislost síly na deformaci pro vzorek bez vyztužení (M-0₂), s jednosměrnou orientovanou FRC výztuží (M-1₂), prohnutá FRC výztuž (M-2₄), kombinace rovná s prohnutou (M-3₄) v matrici bez plniva

Obrázky 30, 31, zobrazují grafy shrnující záznamy měření modelů můstků s různou geometrií výztuže a s matricí obsahující 20% hm plniva. Na obrázcích pod grafy jsou zobrazeny snímky jednotlivých modelů můstků (obr. 32).

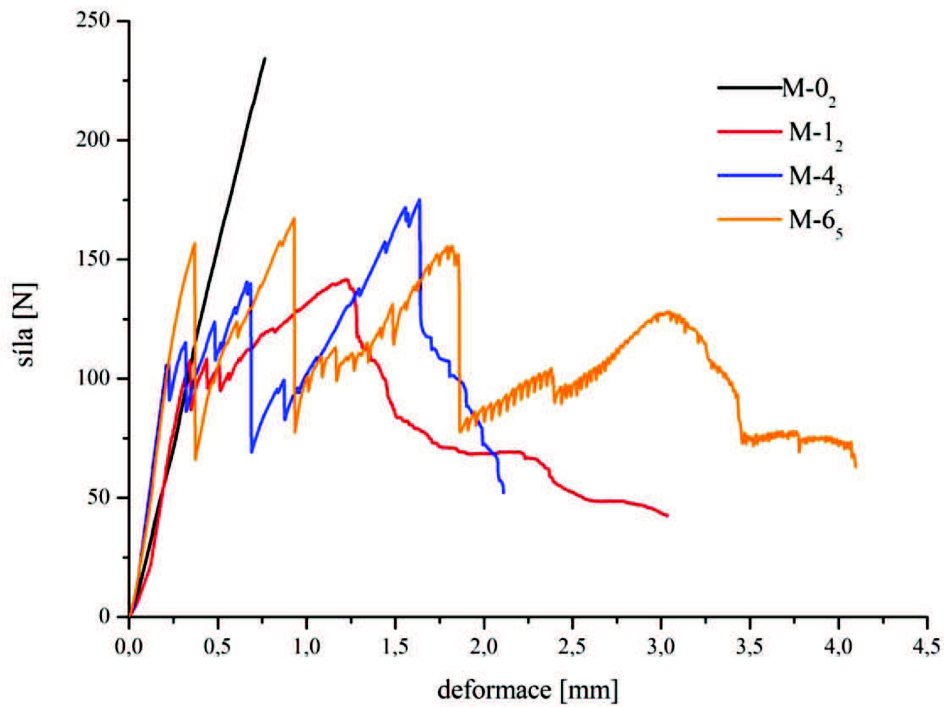
V porovnání vzorků M-2 (viz obr. 29) a M-4 (obr. 30) bylo zjištěno podobného vyztužujícího efektu PFU a SFM pásku. Podobné vlastnosti byly také zjištěny u vzorků M-3 (viz obr. 29) a

M-5 (viz obr. 30) jen s větší deformací, což bylo způsobeno použitím kombinací s rovnými pásky, které zvyšovaly stabilitu konstrukce.

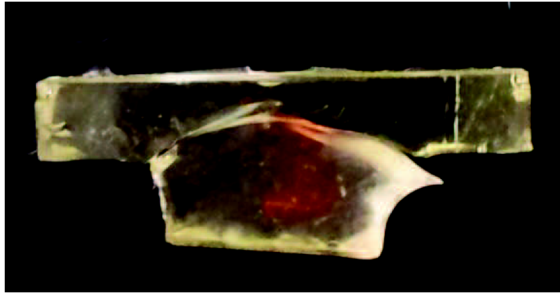


Obrázek 30: Graf zobrazující závislost síly na deformaci pro vzorek bez výztuže (M-0₂) a s prohnutou splétanou FRC výztuží (M-4₃) a pro vzorek s kombinací rovné jednosměrné a splétané FRC výztuže (M-5₁) v matrici bez plniva

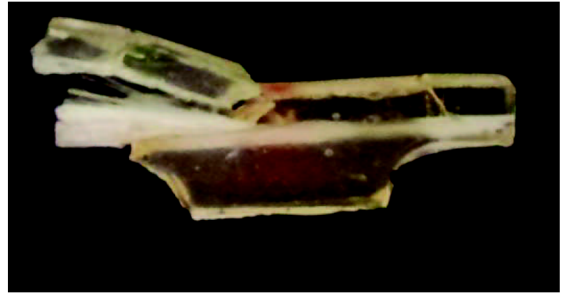
U vzorku M-6 na počátku měření byl patrný prudký nárůst síly a také byla zaznamenána vysoká deformace, což znamená, že výztuž ve vzorku byla dobře smáčena pryskyřicí a tedy konstrukce můstku byla stabilní.



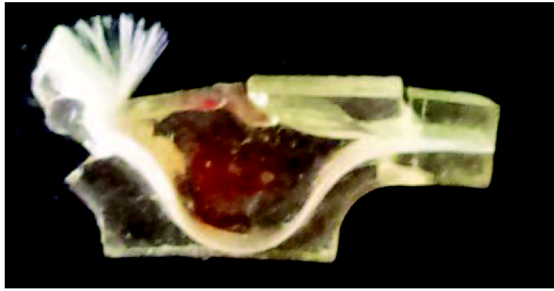
Obrázek 31: Graf zobrazující závislost síly na deformaci pro vzorky s prohnutou splétanou FRC výztuží (M-4₃) a vzorek s rovnou jednosměrně orientovanou FRC výztuží (M-1₂) a pro vzorek kombinující předešlé FRC vyztužení (M-6_s) v matrici bez plniva.



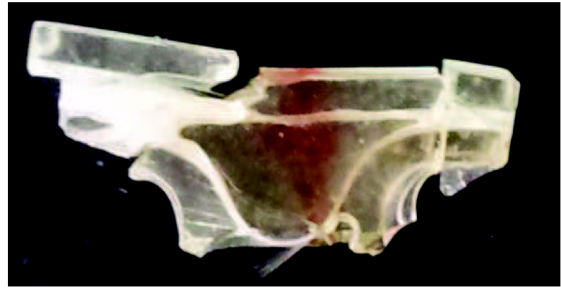
M-0₂



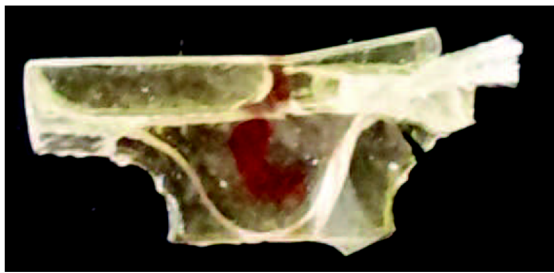
M-1₂



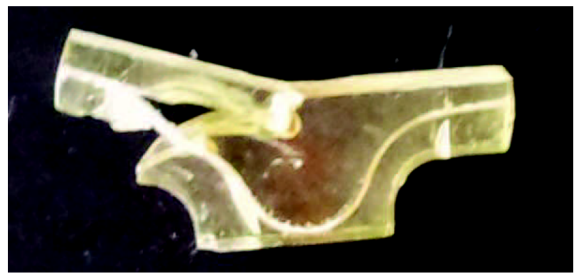
M-2₄



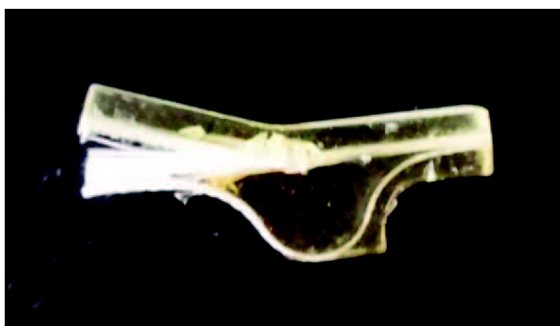
M-3₄



M-4₃



M-5₁

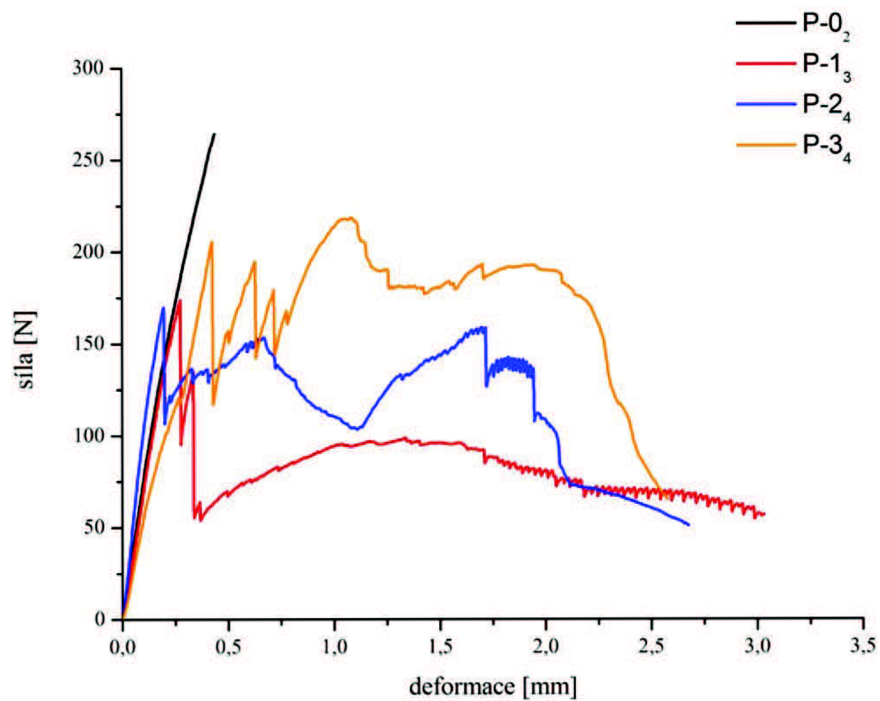


M-6₅

Obrázek 24: Makro fotografie modelů můstků s matricí bez plniva po deformaci

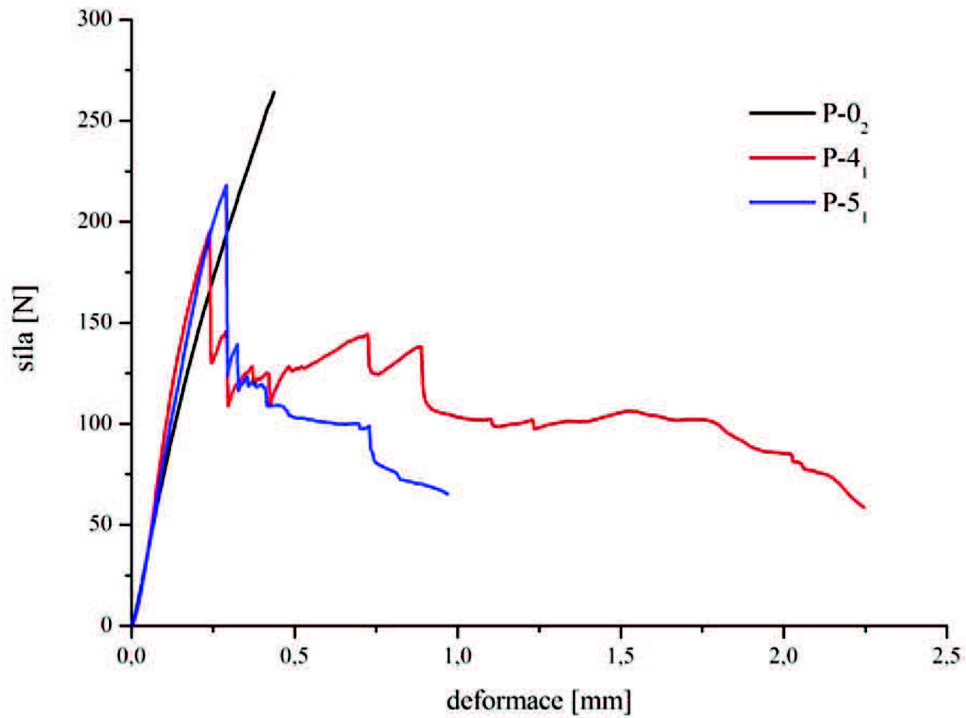
Ve vzorku P-1 (viz obr. 33) se šířil lom v podélném směru s vlákny. U vzorku P-2 (viz obr. 33) se lom šířil dovnitř modelu můstku. U vzorku P-3 docházelo při vyšší deformaci jen

k pozvolnému poklesu síly. Vůči matrici bez plniva se zde projevovaly defekty (např. bubliny v modelu můstku). Modely jsou křehčí, což lze pozorovat u vzorku P-1. U vzorků s kombinací roste odolnost vůči působení síly.



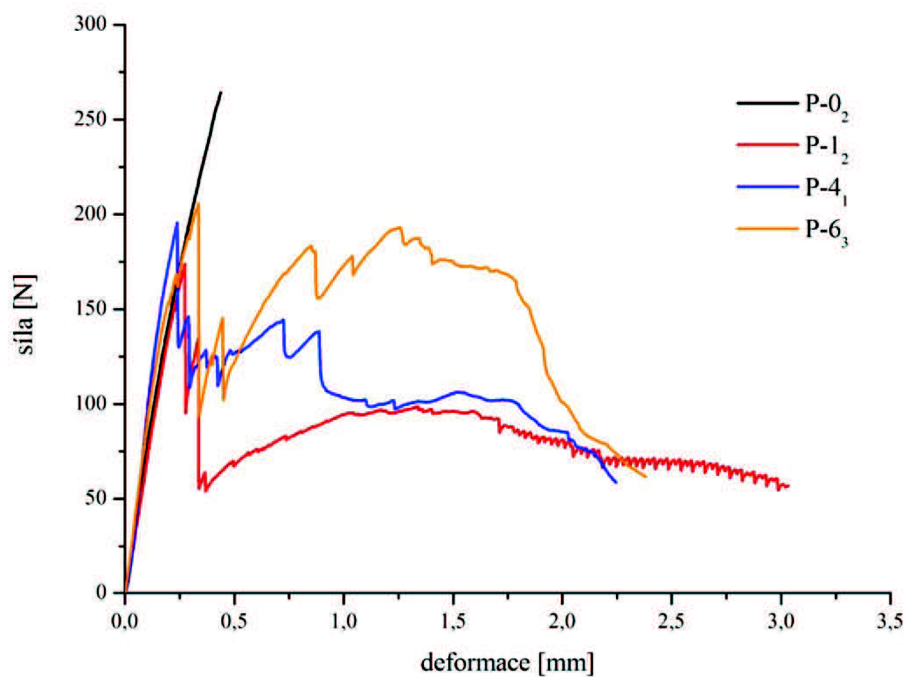
Obrázek 26: Graf zobrazující závislost síly na deformaci pro vzorek bez vyztužení (P-0₂) a s jednosměrnou orientovanou FRC výtuzí (P-1₃), s rovnou prohnutou FRC výtuzí (P-2₄) v matrici s plnivem

U vzorku P-5 (viz obr. 34) byla naměřena malá deformace. Je to způsobeno zřejmě rovným SFM páskem, který zhoršuje vlastnosti můstku. V porovnání P-4 s M-4 dochází k nárůstu deformace a snížení stability můstku. (foto P-4 na obr. 36)

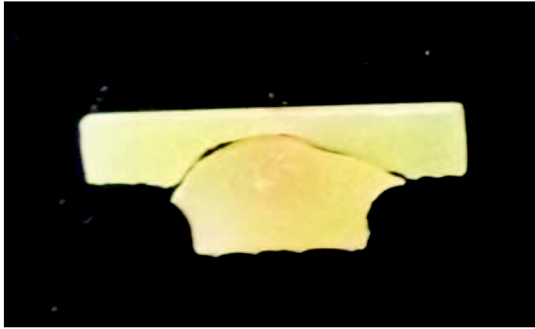


Obrázek 27: Graf zobrazující závislost síly na deformaci pro vzorek bez výztuže (P-0₂) a s prohnutou splétanou FRC výztuží (P-4₁) a pro vzorek s kombinací rovné jednosměrné a splétané FRC výztuže (P-5₁) v matrici s plnivem

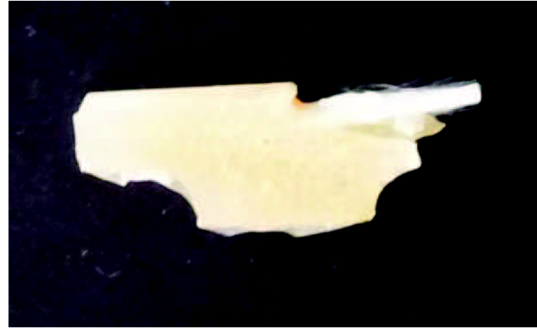
V porovnání vzorků P-1 a P-4 (viz obr. 35), kde rovný pásek PFU má vyšší pevnost i modul pružnosti a naopak prohnutý SFM má nižší pevnost a modul pružnosti, přesto se jejich mechanická odolnost vůči působící síle vyrovnává. Důvodem je, že prohnutý pásek SFM zabraňuje spojení dvou lomů. Vzorky P-1 a P-2 vykazují pokles síly než vzorky M-2 a M-4 a to z důvodu horšího smáčení povrchu výztuži pryskyřicí, protože obsahují plnivo. U vzorku P-6 na počátku měření byl patrný prudký nárůst síly a také byla zaznamenána vysoká deformace, což znamená, že výztuž ve vzorku byla dobře smáčena pryskyřicí a tedy konstrukce můstku byla stabilní.



Obrázek 28: Graf zobrazující závislost síly na deformaci pro vzorek bez výztužení (P-0₂), s jednosměrnou orientovanou FRC výztuží (P-1₃), prohnutou FRC výztuží (P-4₁), kombinace rovné jednosměrné a splétané prohnuté (P-6₃) v matrici s plnivem



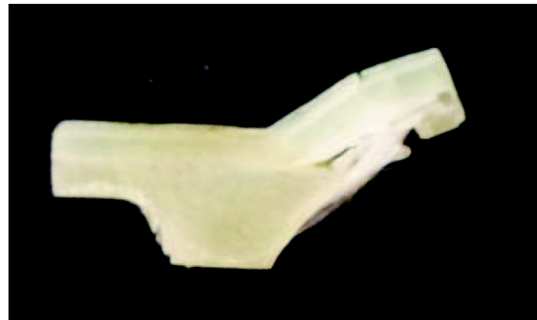
P-0₂



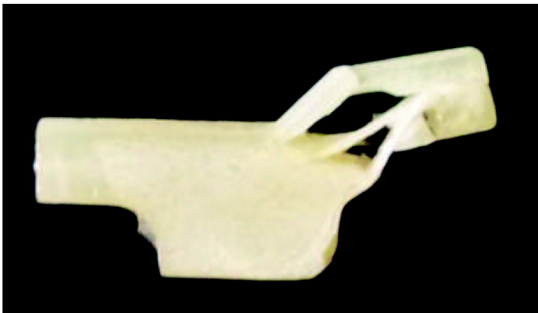
P-1₃



P-2₄



P-3₄



P-4₁



P-5₁

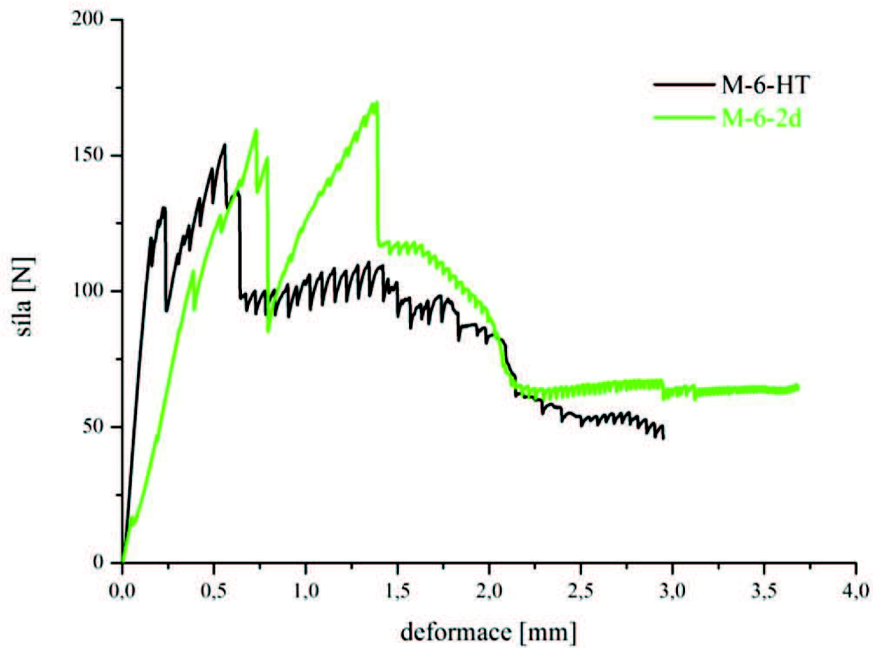


P-6₃

Obrázek 29: Makro fotografie vzorků modelů můstek s matricí s plnivem

4.2.2 Hydrotermální namáhání

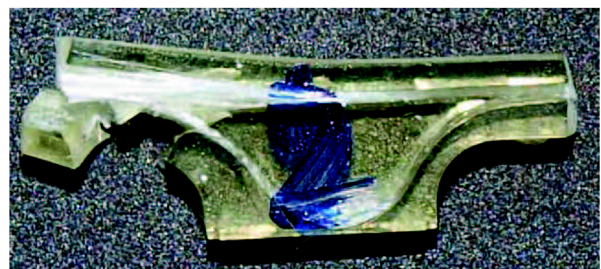
Vzorek M-6-HT vykazoval dle grafu (obr. 37) snížení síly v porovnání se vzorkem M-6-2d, který nebyl vystaven hydrotermálnímu namáhání. Rozdíl je pravděpodobně způsoben určitou mírou difuze molekul vody, která způsobuje velký pokles síly při malých deformacích.



Obrázek 30: Srovnání závislosti působící síly na deformaci vzorků po hydrotermální namáhání (M-6-HT) a vzorků bez hydrotermálního namáhání (M-6-2d). Vzorky obsahovaly matrice bez plniva



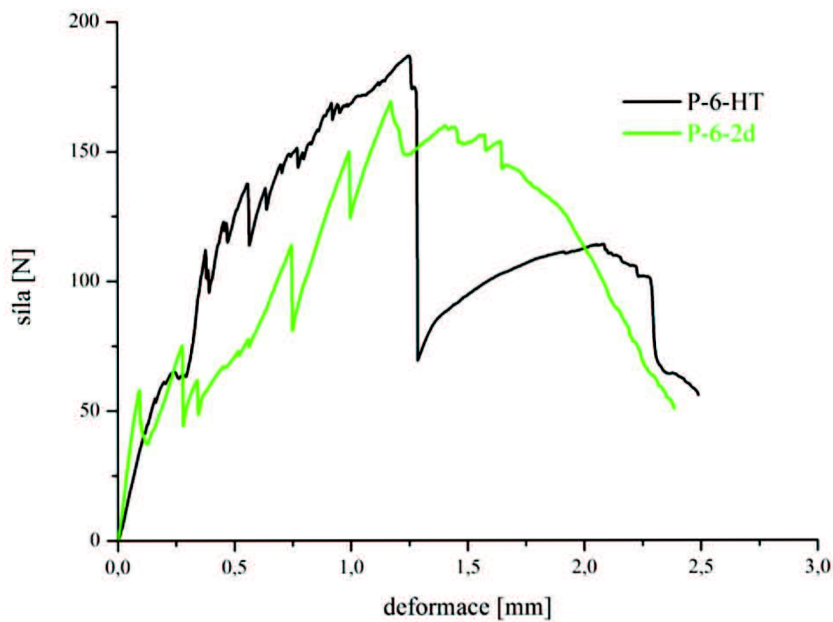
M-6-HT



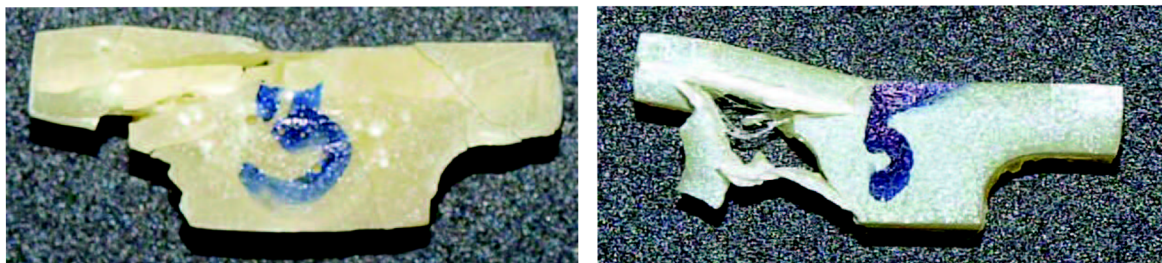
M-6-2d

Obrázek 31: Makro fotografie vzorků po hydrotermálním namáhání (M-6-HT) a bez hydrotermálního namáhání (M-6-2d) matrice bez plniva

Vzorek P-6-HT vykazoval (graf na obr. 39) obdobně jako u matrice bez plniva velký pokles síly při malé deformaci. Stejně jako u předešlého vzorku M-6-HT i zde docházelo k určité difuzi molekul vody do zubního můstku.



Obrázek 39: Srovnání závislosti působící síly na deformaci vzorků po hydrotermální namáhání (P-6-HT) a vzorků bez hydrotermálního namáhání (P-6-HT). Vzorky obsahovaly matrice bez plniva

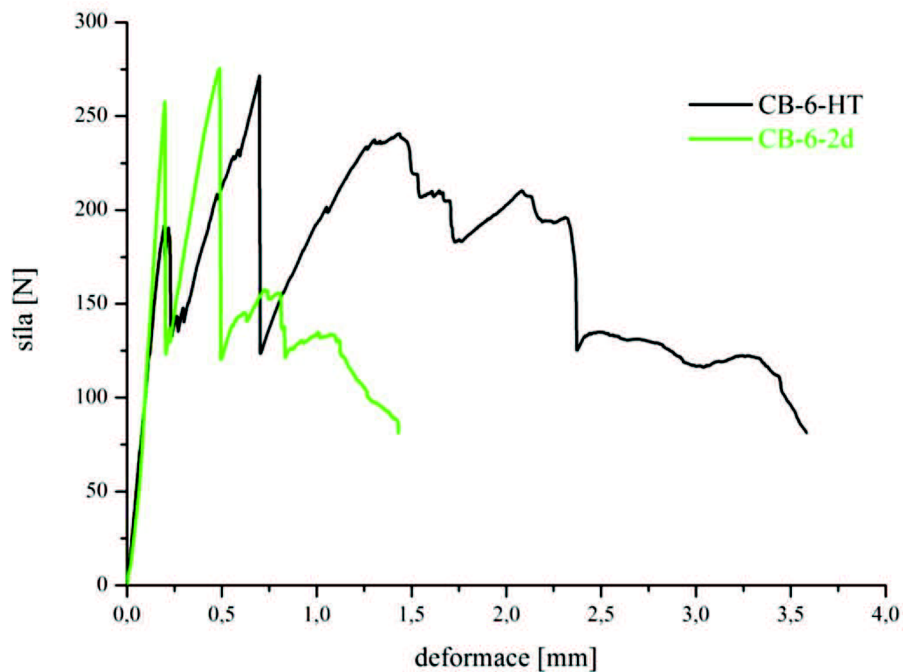


P-6-HT

P-6-HT

Obrázek 33: Makro fotografie vzorků po hydrotermálním namáhání (P-6-HT) a bez hydrotermálního namáhání (P-6-2d) matrice s plnivem

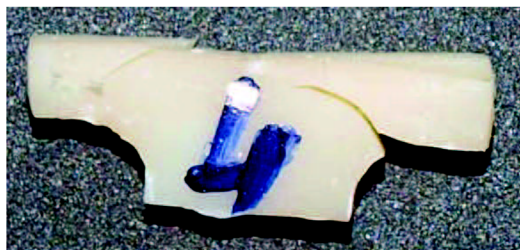
Vzorek CB-6-HT na grafu níže (obr. 41) byl vysoce plněný systém, u kterého během 14 dnů hydrotermálního namáhání pravděpodobně převládal pozitivní efekt dotvrzování na difuze molekul vody, které sloužily jako plastifikátory komerčního kompozitu.



Obrázek 34: Srovnání závislosti působící síly na deformaci vzorků po hydrotermální namáhání (CB-6-HT) a vzorků bez hydrotermálního namáhání (CB-6-2d). Vzorky obsahovaly matrice z komerčního kompozitu



CB-6- HT

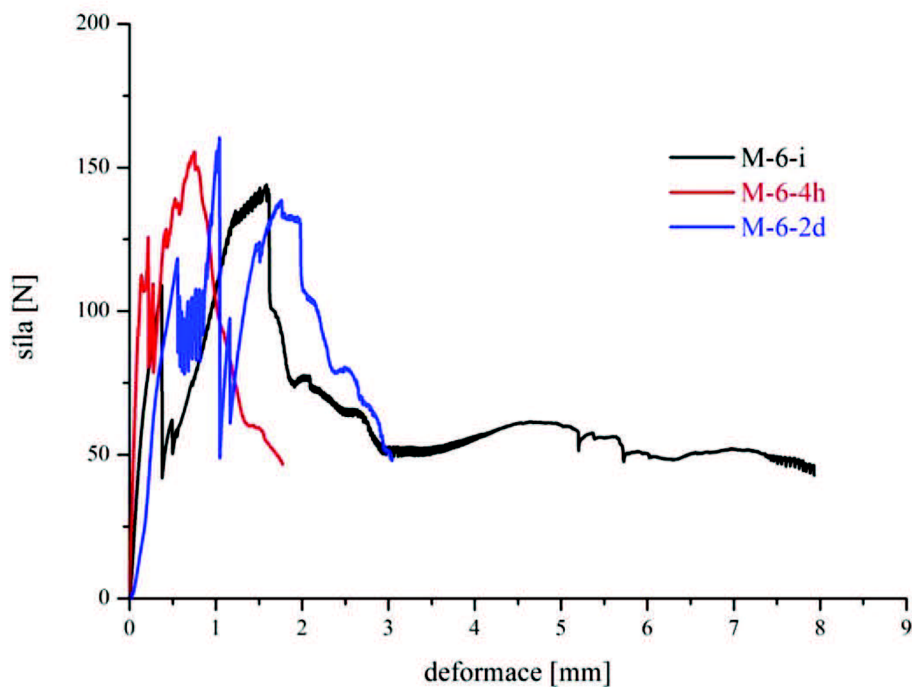


CB-6- 2d

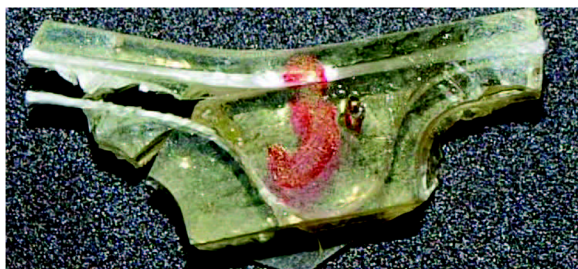
Obrázek 35: Makro fotografie vzorků po hydrotermálním namáhání (CB-6-HT) a bez hydrotermálního namáhání (CB-6-2d) matrice s plnivem

4.2.3 Závislost mechanických vlastností na časovém odstupu mezi vytvrzením a měřením

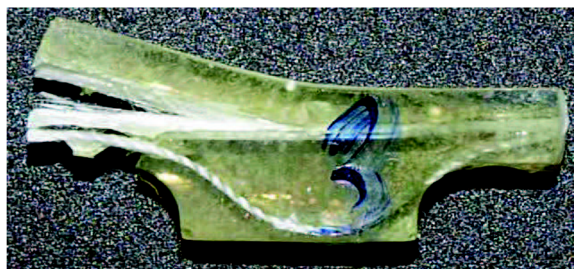
U matrice bez nebo s plnivem nebyl zásadní vliv na mechanické vlastnosti, protože vzhledem k použití matrice bez plniva i s nízkým obsahem plniva došlo k dostatečnému prozáření vzorku, resp. jeho polymeraci. Tento efekt pravděpodobně neprobíhá u komerčního částicového kompozitu. U C&B nemusí ve větších tloušťkách dojít k prosvícení vzorku v celém objemu, čemuž odpovídá graf na obr. 55. U vzorků M-6-i, M-6-4h, M-6-2d (graf na obr. 43) vytužující efekt převážil vliv časového odstupu mezi vytvrzením a měřením.



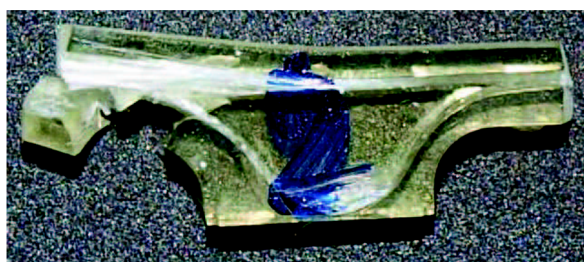
Obrázek 36: Závislost působící síly na deformaci pro vzorky měřené s časovou prodlevou od vytvrzení matrice bez plniva



M-6-i



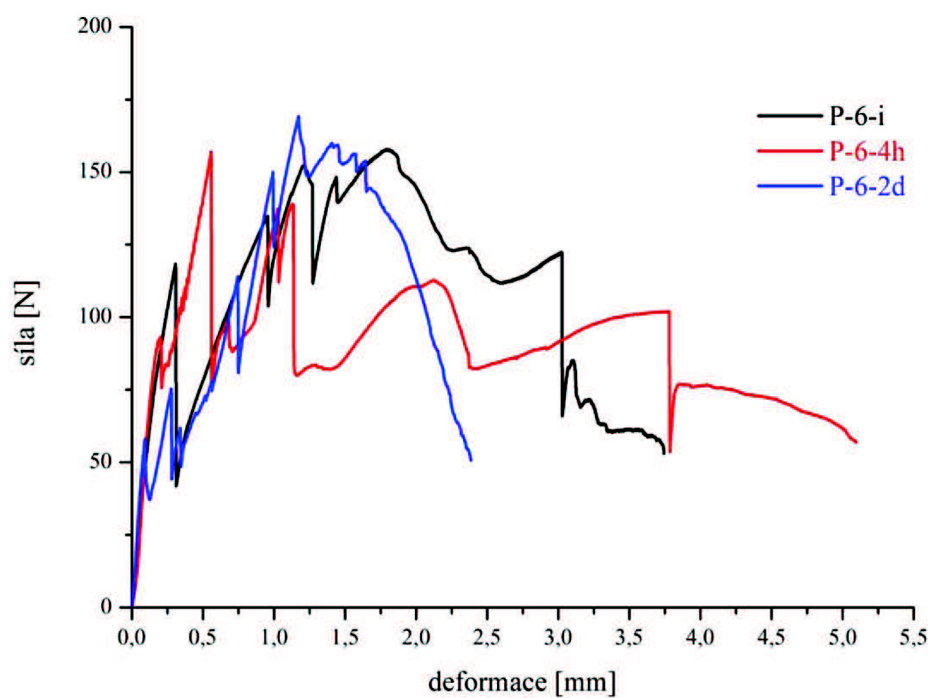
M-6-4h



M-6-2d

Obrázek 37: Makro fotografie vzorků měřené s časovou prodlevou od vytvrzení matrice bez plniva

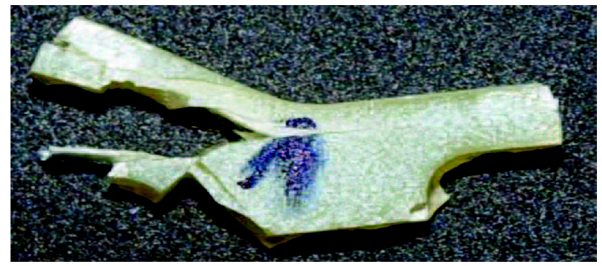
U vzorků P-6-i, P-6-4h, P-6-2d (graf na obr 45.) vyztužující efekt převážil vliv časového odstupu mezi vytvrzením a měřením.



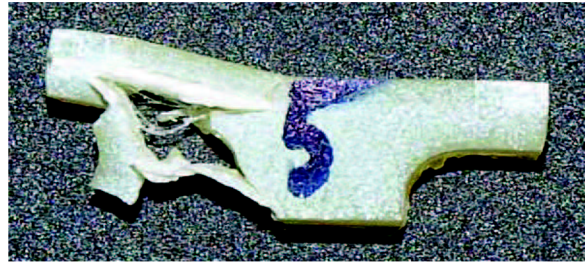
Obrázek 38: Závislost působící síly na deformaci tělesa s časovou prodlevou od vytvrzení matrice s plnivem



P-6-i

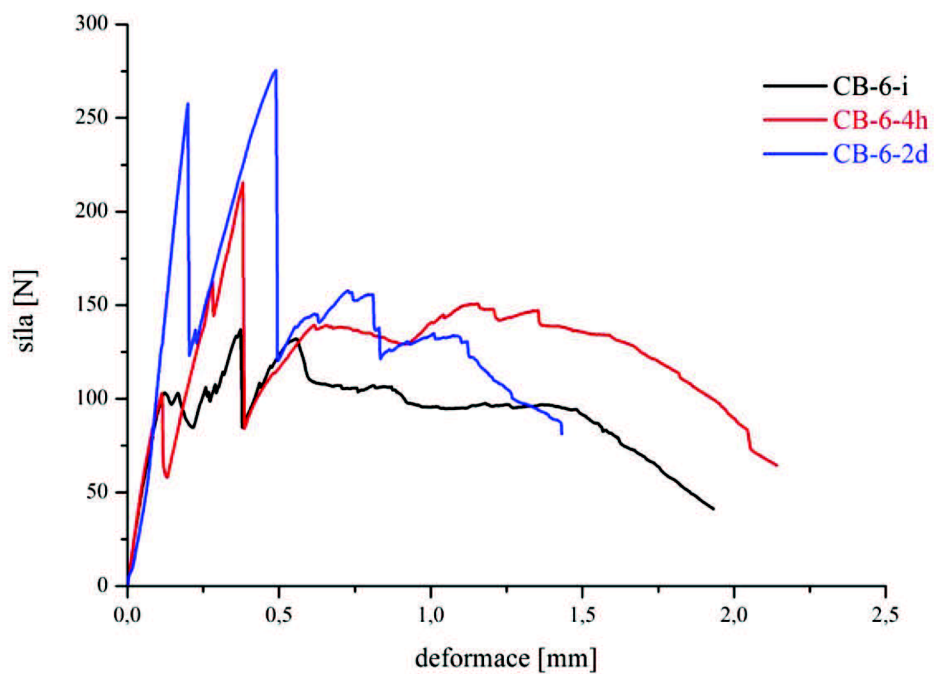


P-6-4h



P-6-2d

Obrázek 39: Makro fotografie vzorků měřené s časovou prodlevou od vytvrzení matrice s plnivem



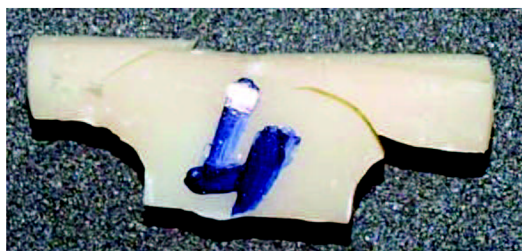
Obrázek 40: Závislost působící síly na deformaci tělesa s časovou prodlevou od vytvrzení komerčního částicového kompozitu



CB-6-i



CB-6-4h

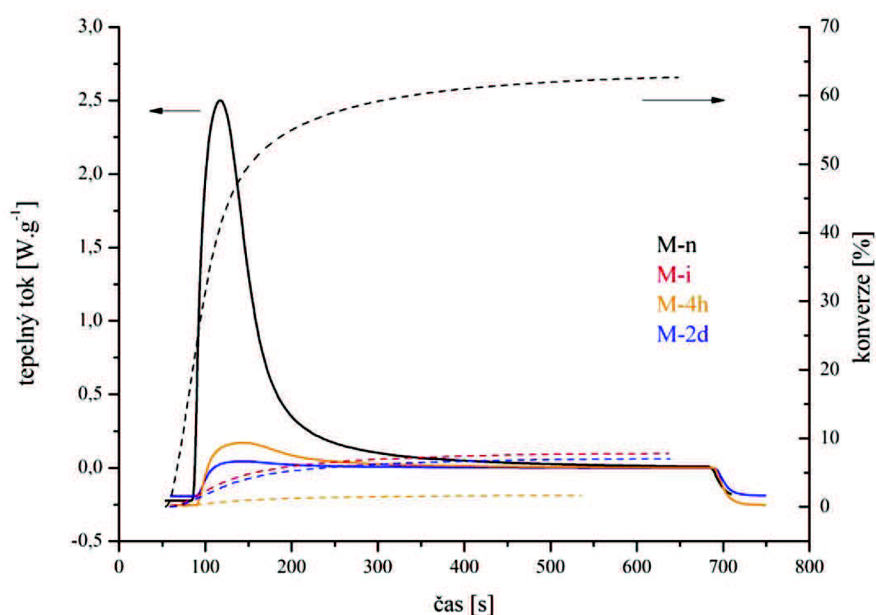


CB-6-2d

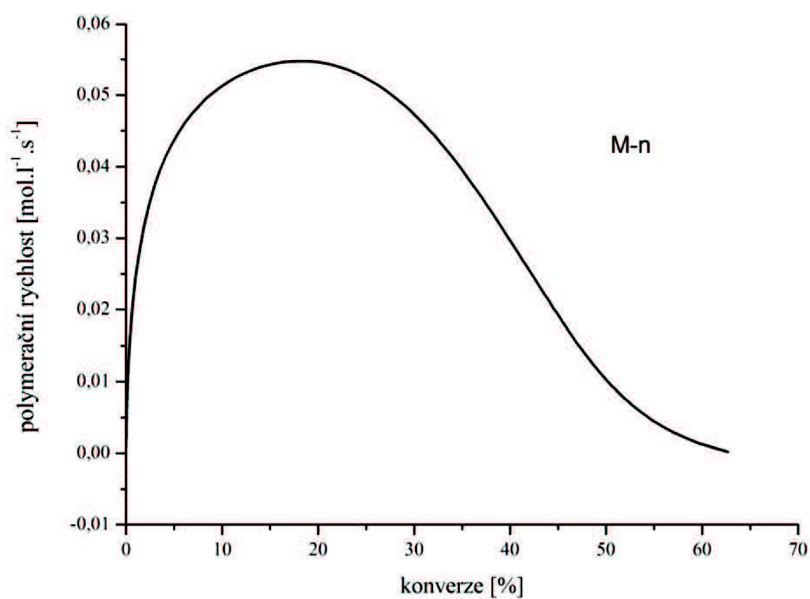
Obrázek 41: Makro fotografie vzorků měřené s časovou prodlevou od vytvrzení matrice s plniva

4.2.4 Polymerační charakteristika v závislosti na časovém odstupu mezi vytvrzením a měřením

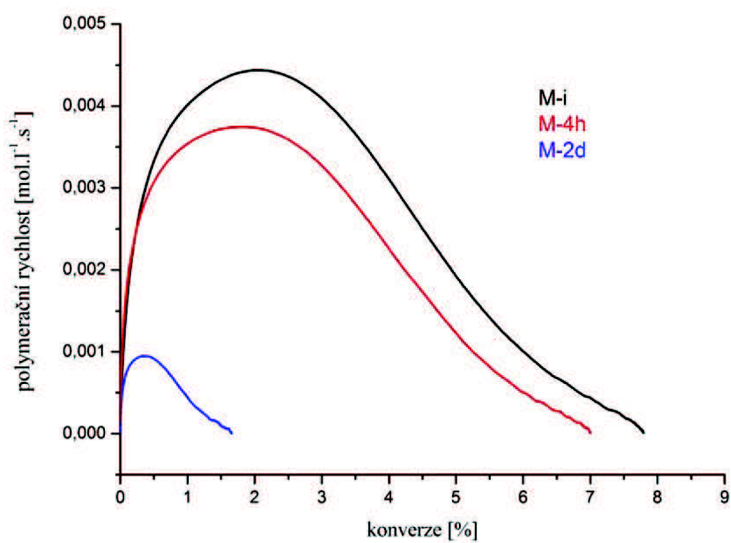
Následující grafy potvrzují předešlý závěr z mechanických zkoušek. U vzorků určených pro foto DSC zřejmě docházelo k úplnému prosvitu i u vysoce plněného kompozitu, tudíž s předpokladem stupeň konverze byl by rozdílný než u modelu můstků. U ostatních vzorků v důsledku absence vysokého obsahu plniva nenastal problém s vytvrzením vzorků.



Obrázek 42: Závislost tepelného toku a konverze na čase pro matrici bez plniva



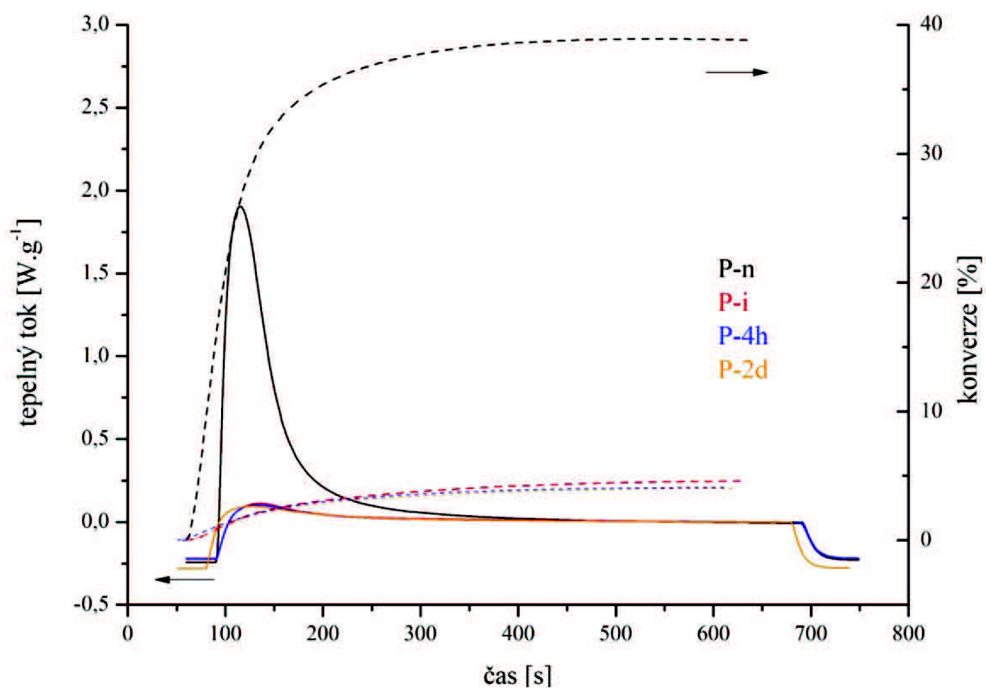
Obrázek 43: Závislost polymerační rychlosti na konverzi nevytvrzené matrice bez plniva



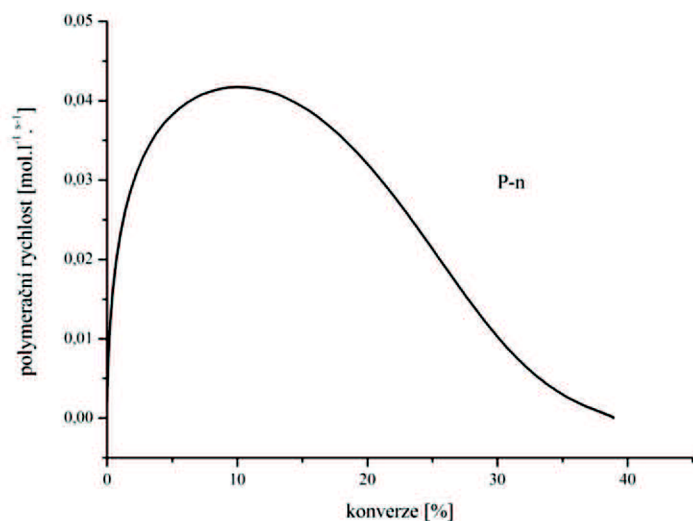
Obrázek 44: Závislost polymerační rychlosti na konverzi s odstupem času mezi vytvrzením a měřením matrice bez plniva

Tabulka 10: Hodnoty konverze, polymeračního tepla, polymerační rychlosti

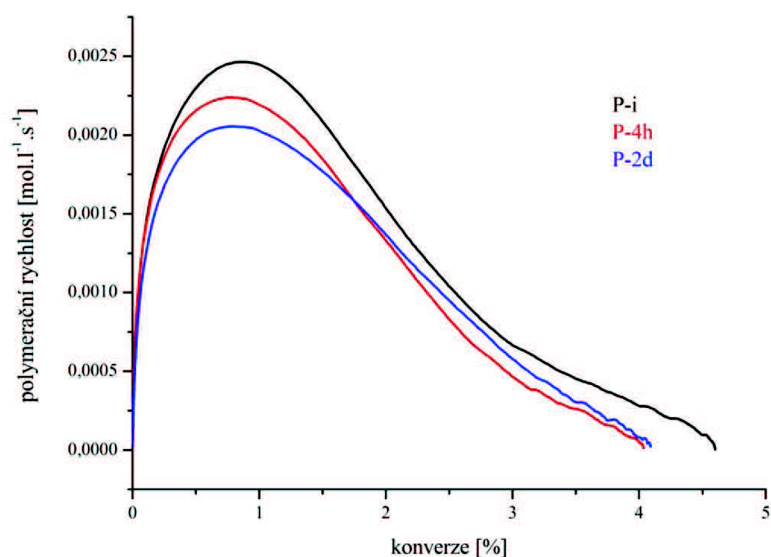
	$P_{C=C}$ [%]	ΔQ_0 [J/g]	R_p [mol/l.s]
M-n	62,66	187,12	0,0550
M-i	7,79	23,27	0,0040
M-4h	7,00	20,91	0,0037
M-2d	1,60	4,95	0,0009



Obrázek 45: Závislost tepelného toku a konverze na čase pro matrici s plnivem



Obrázek 46: Závislost polymerační rychlosti na konverzi nevytvrzené matrice s plnivem

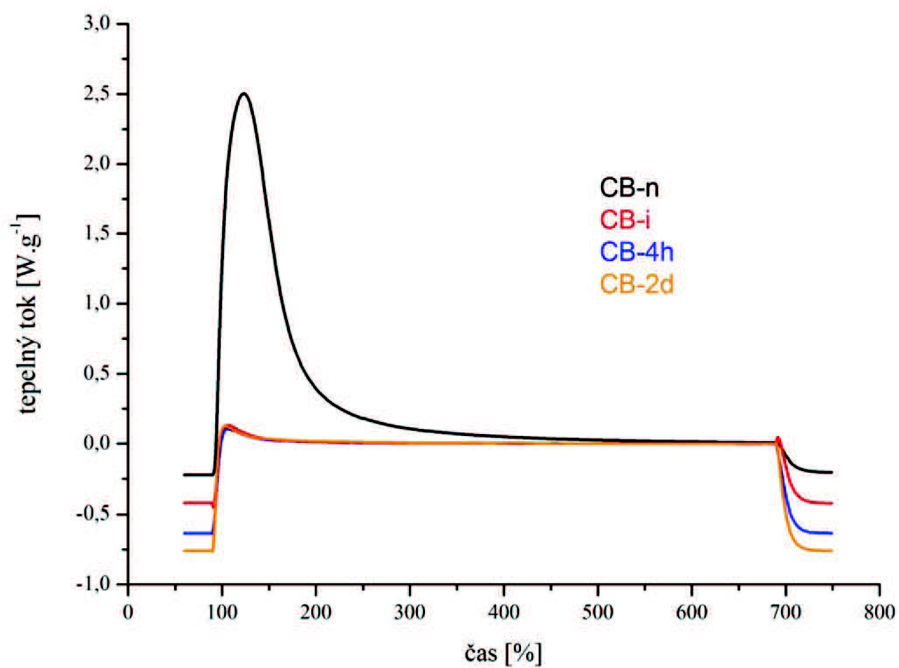


Obrázek 47: Závislost polymerační rychlosti na konverzi s odstupem času mezi vytvrzením a měřením matrice s plnivem

Tabulka 11: Hodnoty konverze, polymeračního tepla, polymerační rychlosti

	$P_{C=C}$ [%]	ΔQ_0 [J/g]	R_p [mol/l.s]
P-n	38,81	115,91	0,0471
P-i	3,60	13,73	0,0024
P-4h	12,24	4,09	0,0023
P-2d	12,04	4,03	0,0022

Pro komerční kompozit nebyl stanoven stupeň konverze, neboť neznáme přesné zastoupení monomerů.

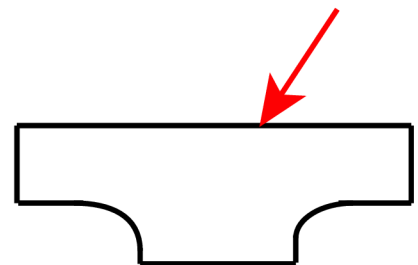
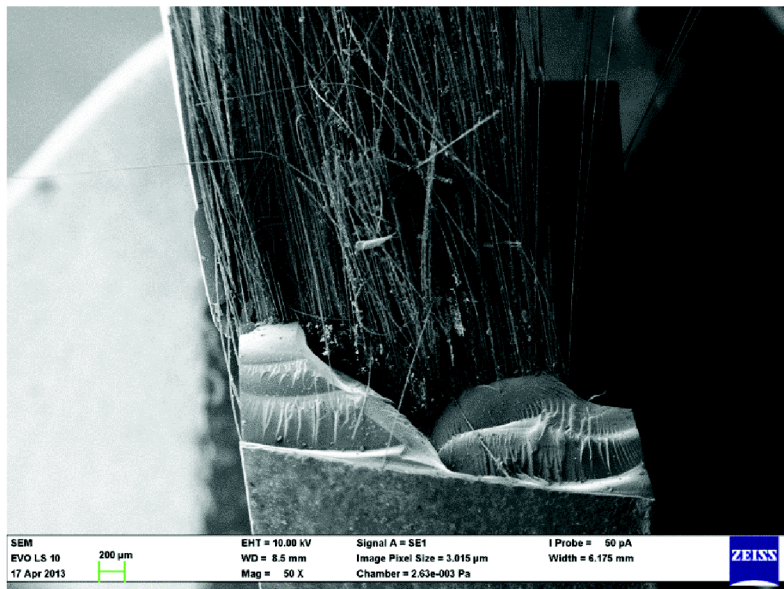


Obrázek 48: : Závislost tepelného toku na čase pro komerční kompozit

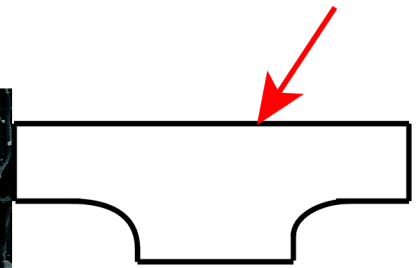
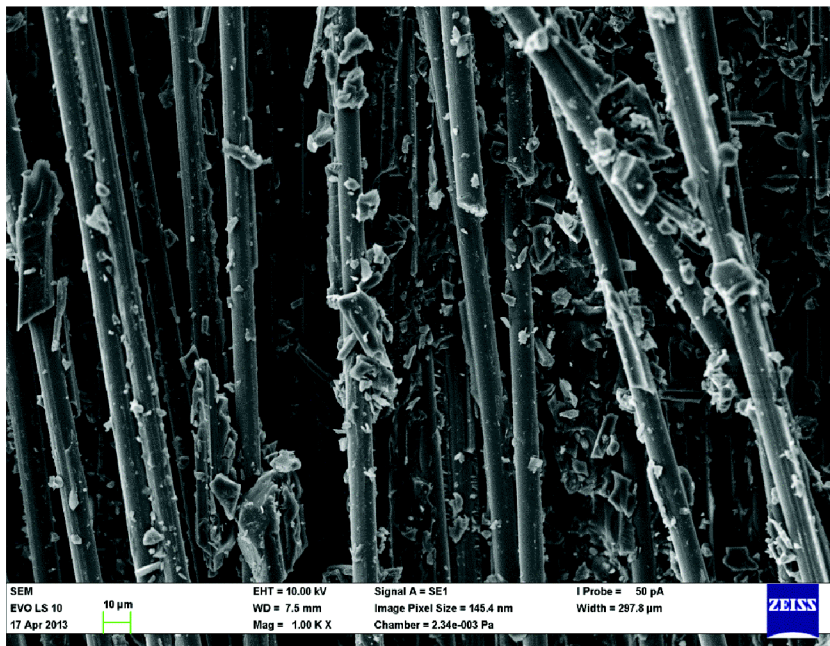
4.3 SEM snímky vybraných vzorků po ohybových testech

Na obrázcích (obr. 56, 57) byla pozorována jednosměrně orientovaná vlákna (vzorek M-6). Na obr. 57 jsou vidět fragmenty matrice bez plniva ulpělé na vláknech. Na obr. 58 byl pozorován SFM pásek patřící vzorku M-6 s dobrou adhezí vláken k matrici, poněvadž je viditelné odtržení vláken od pásku. Následující obrázek (obr. 59) ukazuje strukturu místa lomu modelu můstku s jednosměrným rovným páskem v matrici s plnivem (vzorek P-6). Obr. 60 poskytuje detailní záběr na fragmenty matrice s plnivem obalující vlákna. Na obr. 61 je patrná struktura pásku SFM v matrici s plnivem. Obr. 62 zobrazuje místo lomu komerčního částicového kompozitu s jednosměrně orientovanými vlákny (vzorek CB-6). Obr. 63 zobrazuje detail ulpění fragmentů komerčního kompozitu na jednosměrně orientovaných vláknech.

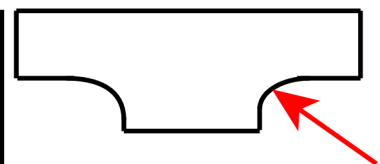
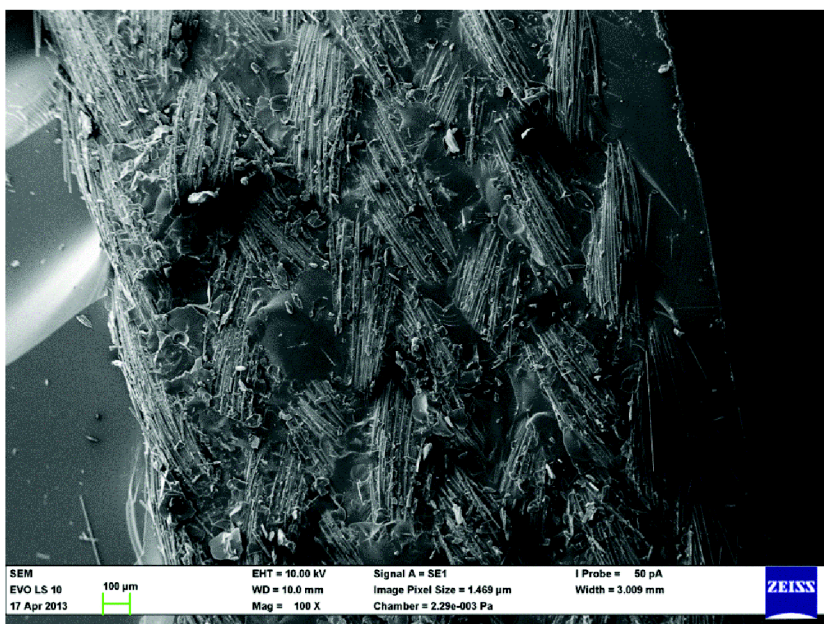
Obr. 63 zobrazuje detail ulpění fragmentů komerčního kompozitu na jednosměrně orientovaných vláknech. Obr. 64 zachycuje SFM pásek v komerčním kompozitu. Obecně z pozorování snímků byla vidět velmi dobrá adheze matrice k vláknům, protože byl patrné odtrhnutí vláken z pásku. PFU pásky měli tendenci k interlaminárnímu lomu.



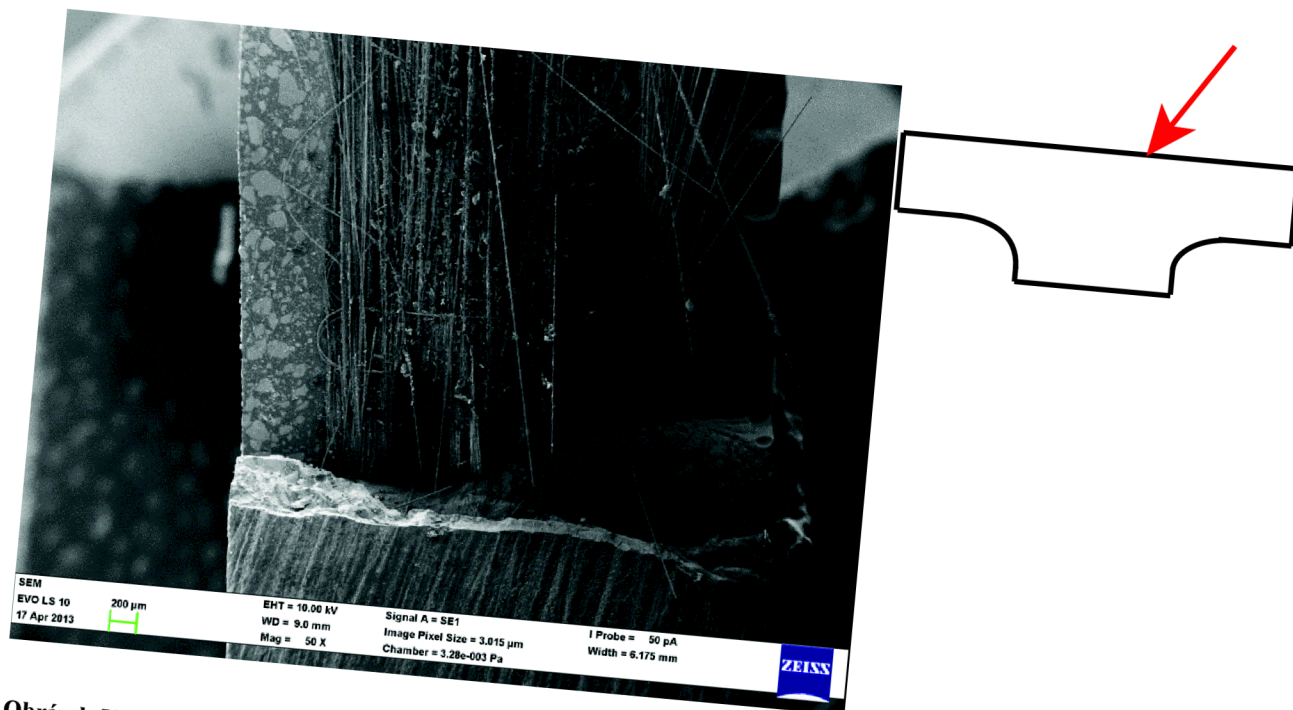
Obrázek 49: SEM snímek vzorku M-6, zvětšeno 50x



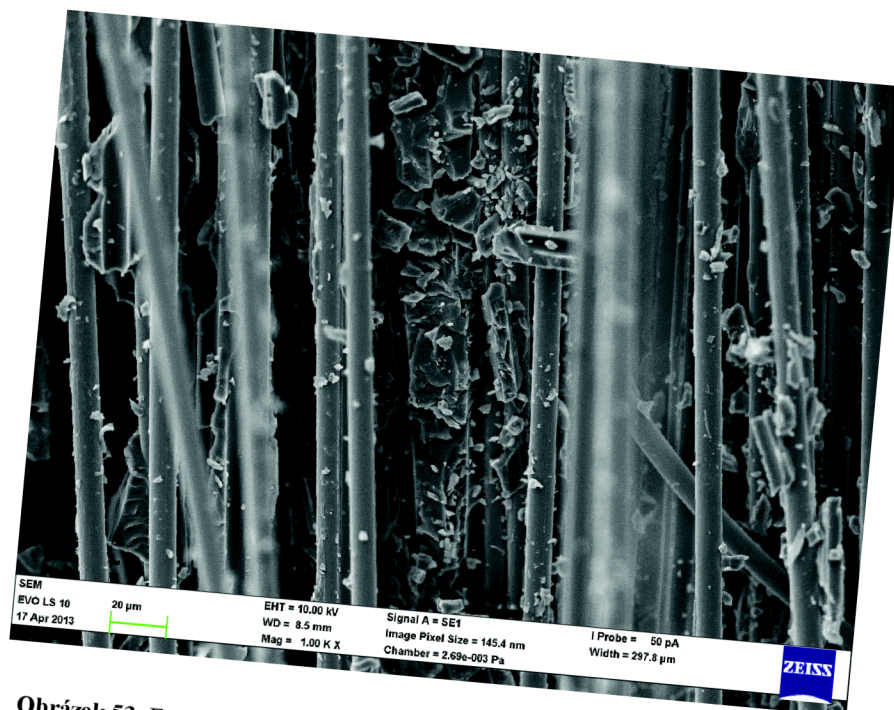
Obrázek 50: Zvětšený snímek vzorku M-6, zvětšeno 1000x



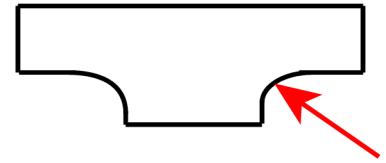
Obrázek 51: Struktura SFM pásku v matrici bez plniva při 100x zvětšení



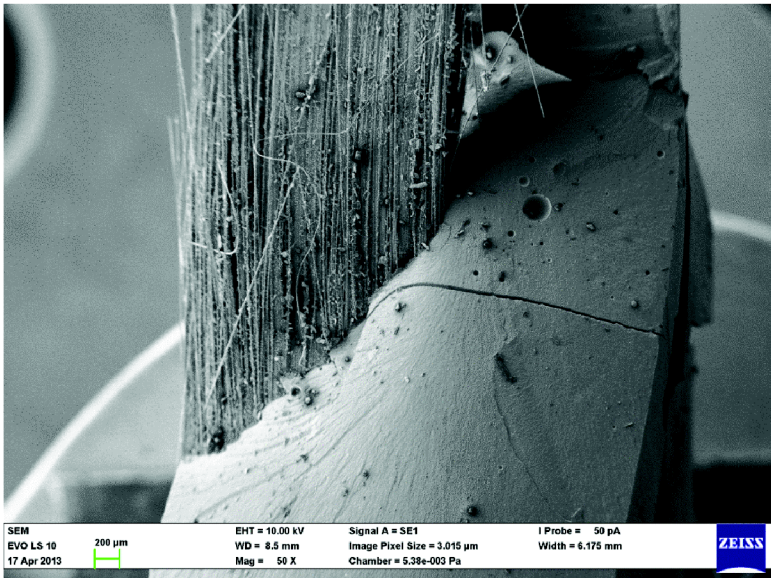
Obrázek 52: Jednosměrně orientovaná vlákna v matrici s plnivem (vzorek P-6), 50x zvětšeno



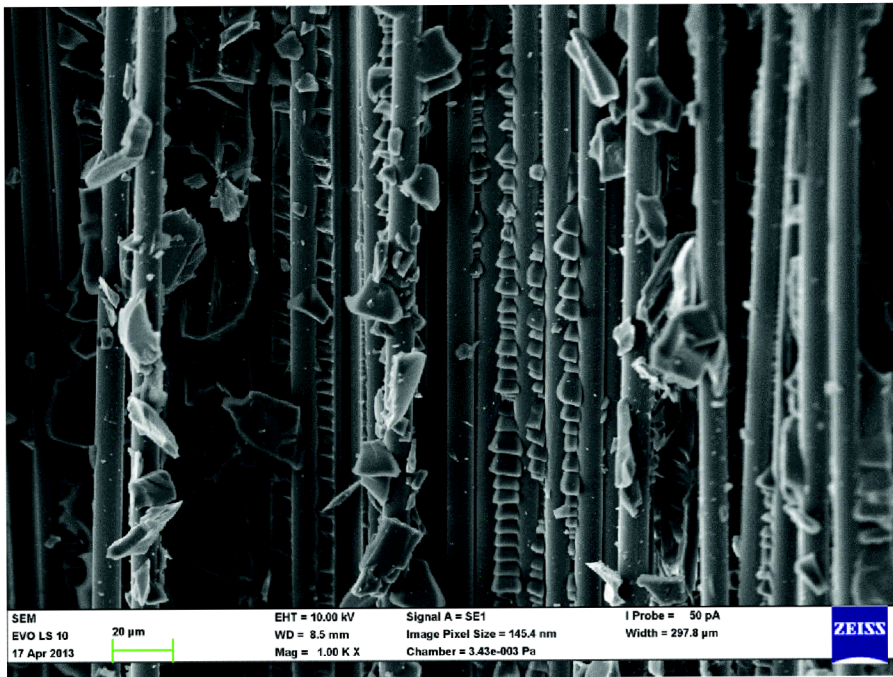
Obrázek 53: Fragmentsy pryskyřice ulpělé na vláknech, 1000x zvětšeno



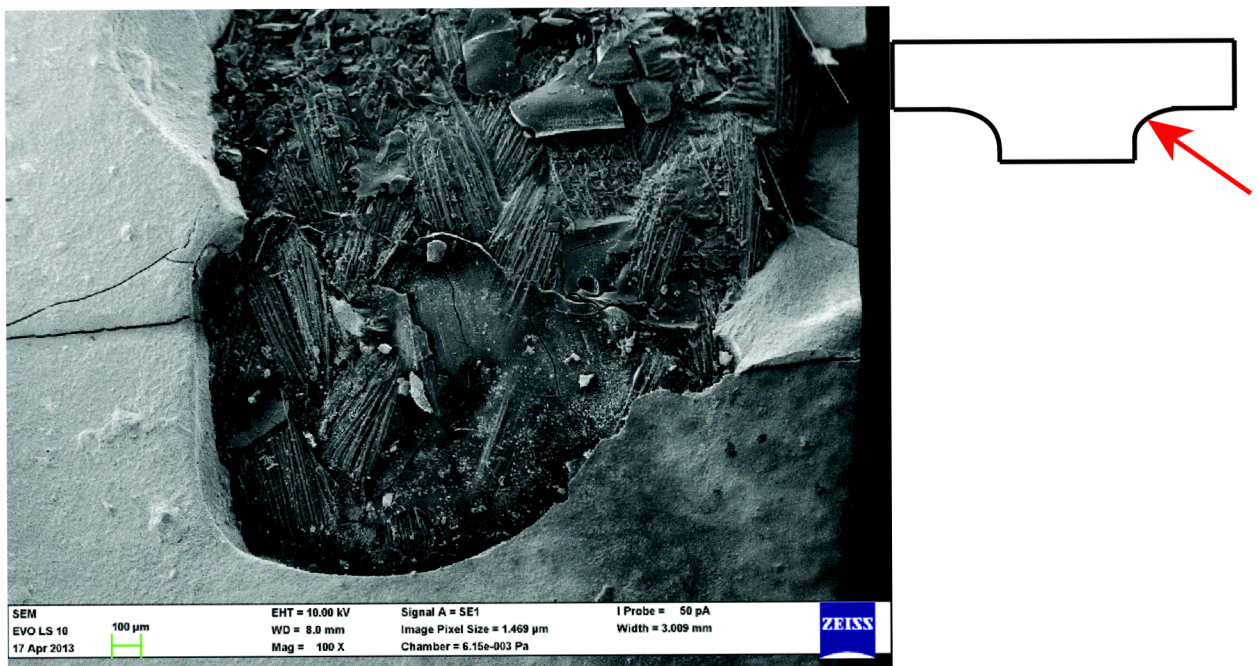
Obrázek 54: Struktura spletaného pásku v matrici s plnivem, 100x zvětšení



Obrázek 55: C&B kompozit s jednosměrně orientovanými vlákny (CB-6), 50x zvětšeno.



Obrázek 56: Detailní záběr na fragmenty matrice na vláknech, 1000x zvětšeno



Obrázek 57: Struktura SFM v komerčním kompozitu, 100 zvětšení

5 ZÁVĚR

Cílem této diplomové práce bylo sledovat vliv geometrie výztuže, hydrotermálního namáhání a také časové odstupů mezi vytvrzením a měřením na mechanické vlastnosti modelů dentálních můstků.

V této práci byly použity dva typy výztuží. Prvním typem byla výztuž PFU, která má jednosměrně orientovaná vlákna, používaná na konstrukci rovných převážně rovných výztuží. Druhým typem výztuže byla SFM, která se uplatňuje na tvarově náročnější výztuže, protože je poddajnější a lépe se tvaruje a má nižší pevnost a modul pružnosti.

Bylo zjištěno, že při vhodné geometrii vyztužujících pásků se splétanou výztuží může být dosaženo stejné odolnosti vůči lomu, jako při použití vyztužujících pásku jednosměrně orientovanou výztuží.

Hydrotermálním namáháním bylo zjištěno, že malý přídavek plniva neovlivňuje difuzi molekul vody dovnitř matrice. Tato difuze molekul vody byla pravděpodobně příčinou poklesu síly při malých deformacích. U matrice z komerčního částicového kompozitu byl pozorován při 14 denním testu efekt dotvrzování. V tomto případě molekuly vody pravděpodobně sloužily jako plastifikátor.

Měření závislosti mechanických vlastností na časovém odstupě mezi vytvrzením a měřením prokázala, že u matric dochází k postupnému dotvrzování, což bylo také patrné na záznamech z foto DSC závislosti času na konverzi (obr.). U komerčního kompozitu v naměřených datech s mechanických testů a foto DSC tato shoda neplatila, neboť bylo předpokládáno, že silná vrstva částicového kompozitu v modelu zubního můstku musí mít jiný stupeň konverze, než tenká vrstva vzorku určeného pro foto DSC, dále u C&B nebyl určen stupeň konverze z důvodu neznalosti přesných poměrů jednotlivých monomerů.

6 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] DOKLÁDAL, M. *Anatomie zubů a chrupu*. Brno: LF Masarykovi univerzity, 1994
- [2] HELLWIG, E. a kol. *Záchovná stomatologie a paradontologie*. Praha: Grada Publishing, a.s., 2003
- [3] <http://www.optics.rochester.edu/workgroups/cml/opt307/spr09/keith/index.htm> [cit.1. 4. 2013]
- [4] <http://www.rcsb.org/pdb/101/motm.do?momID=4> [cit.12. 4. 2013]
- [5] EHRENSTEIN, Gottfried W. *Polymerní kompozitní materiály*. V ČR 1. vyd. Praha: Scientia, 2009, 351 s.
- [6] JANČÁŘ, Josef. *Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů*. 1. vydání. Brno: VUT, 2003. 194 s.
- [7] http://cs.wikipedia.org/wiki/Soubor:Kevlar_chemical_structure.png [cit.12. 4. 2013]
- [8] *Koroze a ochrana materiálů: Stomatologické kovové materiály*[online]. 2004 [cit. 12. 4. 2013]. Dostupné z: http://www.vscht.cz/met/aki/kom_48/48_11_14.pdf
- [9] SCHÄTZ, Miroslav; VONDRÁČEK, Petr. *Zkoušení polymerů*. Praha: VŠCHT, 1988. 276 s.
- [10] VALENTOVÁ, Kateřina. *Chemické vlastnosti dentálních materiálů*. 2. vyd. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2011, 77 s.
- [11] SMRČKOVÁ, Markéta. *Hybridní kompozity kombinující krátká houževnatá vlákna a částicové plnivo v polymerní matici*. Brno: VUT v Brně, Fakulta chemická, 2011.72 s. Diplomová práce.
- [12] http://www.dentapreg.cz/getattachment/ea64f134-fff4-42a3-be9a-7e2e150f8a28/MK_SPE_L_D_2012_23?maxpagesize=1200 [cit. 15.4. 2013]
- [13] ANUSAVICE, K. J.: *Phillip's Science of Dental Materials*. Philadelphia: W. B. Saunders Company, 1996.
- [14] CRAIG, R. G.: *Dental Materials: Properties and Manipulation*. 6th ed. St. Luis: Mosby-Year Book, 1996.
- [15] <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/272078?lang=en®ion=CZ> [cit.12.4. 2013]

- [16] MENČÍK, Přemysl. *Technologie výroby dentálního můstku*. Brno: VUT v Brně, Fakulta chemická, 2010, 47s.
- [17] FREILICH, Martin, et al. *FRC in the clinical dentistry*. Illinois: Quintessence publishing, 2000
- [18] *Inlay můstek*. Dostupné ze: [www. Dentapreg.com](http://www.Dentapreg.com)
- [19] <http://www.kremerdental.com/bridges-and-crowns.html> [cit. 16. 4. 2013]
- [20] <http://www.dentalcrafters.net/index.php?CID=69> [cit. 16.4. 2013]