

Dr n. med. Agata M. Niewczas

Department of Conservative Dentistry
Medical University of Lublin,
Karmelicka 7 str., 20-081 Lublin,
e-mail: agatan117@wp.pl

Dr inż. Daniel Pieniak

Department of Applied Mechanic,
Main School of Fire Service, Warsaw
52/54 J. Słowackiego Str. 01-629 Warsaw
e-mail: daniel60@poczta.fm

Dr inż. Paweł Ogrodnik

Department of Applied Mechanic,
Main School of Fire Service, Warsaw
52/54 J. Słowackiego Str. 01-629 Warsaw

Analiza niezawodnościowa wytrzymałości kompozytów stomatologicznych poddanych zróżnicowanym procedurom fotopolimeryzacji

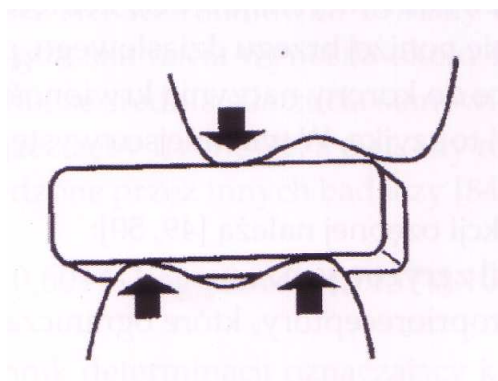
Słowa kluczowe: niezawodność, wytrzymałość na zginanie, kompozyty stomatologiczne, fotopolimeryzacja

Streszczenie: Celem badań była ocena wpływu wybranych procedur fotopolimeryzacji na wytrzymałość i niezawodność kompozytów stomatologicznych opartych na siloranach oraz kompozytów opartych na związkach metakrylanowych w warunkach testu na 3-punktowe zginanie. Badano kompozyty o nazwach handlowych: Filtek Siloran (FSi), Gradia Direct Anterior (GDA), Gradia Direct Posterior (GDP), Herculite XRV (H). Zastosowano fotopolimeryzację dwoma rodzajami światła: lampą diodową oraz lampą halogenową. Przyjęto czas naświetlania 40 sek. oraz 60 sek. Do badań wytrzymałości został zastosowany test na zginanie trójpunktowe (TFS). Przygotowano próbki do badań w formie belek prostopadłościennych o liczności $N = 20$ z każdego materiału. Wyznaczono wartość średnią i odchylenie standardowe dla każdego badanego wariantu. Do oceny istotności różnic przeprowadzono analizę wariancji. Następnie wyniki każdej próby aproksymowano dwuparametrowym rozkładem Weibull'a. Obliczono parametr skali rozkładu (jako wytrzymałość charakterystyczną) oraz parametr kształtu (jako wskaźnik niezawodności materiału). Wykazano, że w warunkach testu na 3-punktowe zginanie rodzaj lampy nie ma wpływu na wytrzymałość w przypadku kompozytu opartego na siloranach, natomiast umożliwia poprawę jego niezawodności. W przypadku konwencjonalnych materiałów opartych na metakrylanach zastosowanie lampy diodowej w miejsce lampy halogenowej obniża wytrzymałość materiału, jednak zwiększa jego niezawodność. Ponadto wykazano, że zwiększenie czasu naświetlania – w przypadku materiału FSi i lampy halogenowej zwiększa jego wytrzymałość, natomiast nie ma wpływu na niezawodność. W pozostałych przypadkach wytrzymałość na ogół pozostaje na stałym poziomie lecz zwiększa się niezawodność materiału.

1. Wstęp

Współczesne badania laboratoryjne nowych biomateriałów, w tym kompozytów stomatologicznych, w wielu wypadkach obejmują nie tylko bezpośrednie charakterystyki materiałowe ale również prognozę utrzymania tych charakterystyk w warunkach eksploatacyjnych. Dlatego badania wytrzymałości mechanicznej kompozytów często zostają rozszerzone o analizę niezawodnościową polegającą na wykorzystaniu rozkładu Weibull'a jako modelu rozkładu prawdopodobieństwa uszkodzeń i na oszacowaniu parametrów tego rozkładu [20,23,26]. Ocena niezawodności materiału jest jednym z elementów kompleksowego oszacowania ryzyka przy podejmowaniu decyzji klinicznych przez lekarza stomatologa [11]. Moduł Weibull'a (parametr kształtu) jest przyjmowany jako wskaźnik zmienności wytrzymałości materiału. Duża wartość modułu Weibull'a m wskazuje na potencjalnie większą niezawodność kliniczną [4,15]. Natomiast parametr skali rozkładu Weibull'a określa charakterystyczną wartość wytrzymałości materiału, której odpowiada 63,2 % przypadków uszkodzeń badanego materiału [3,26]. W ogólności charakterystyczna wartość wytrzymałości (σ_0) zależy od składu materiału, metod fotopolimeryzacji oraz mechanizmów uszkodzenia [9].

Ocena wytrzymałości mechanicznej kompozytów jest najczęściej dokonywana na podstawie testów zginania. Test 3-punktowy zginania (3PBT) jest uznany przez Międzynarodową Organizację Normalizacyjną jako obowiązujący w badaniach wytrzymałości stomatologicznych kompozytów polimerowych [9]. Trójpunktowe zginanie można porównać pod względem mechanicznym do procesu żucia przez zęby trzonowe i przedtrzonowe [8] rys. 1.



Rys. 1. Miażdżenie pokarmu przez trójpunktowe zginanie zębami trzonowymi i przedtrzonowymi [8]

Badania wytrzymałości na zginanie kompozytów stomatologicznych mogą służyć między innymi ocenie efektywności fotopolimeryzacji, w szczególności ocenie wpływu czasu polimeryzacji i rodzaju światła lampy [1,6,10,14,20]. Najczęściej stosowanymi w praktyce stomatologicznej lampami do polimeryzacji są lampy halogenowe i diodowe. Opracowane lampy wykorzystujące diody elektroluminescencyjne charakteryzują się małym zużyciem energii, umiarkowaną intensywnością promieniowania i bardzo dużą trwałością.

Test wytrzymałości na zginanie jest ważnym kryterium przydatności klinicznej materiałów kompozytowych. Ma to szczególne znaczenie wobec bardzo dynamicznego rozwoju

kompozytów stomatologicznych. Chodzi tu głównie o wprowadzenie krzemionkowych wypełniaczy o rozmiarach cząstek w zakresie od 0,1nm do 100 nm oraz równocześnie siloranów jako materiału osnowy (matrycy). Kompozyty zbudowane z wypełniaczy nano-cząsteczkowych z matrycą siloranową charakteryzują się minimalnym skurczem polimeryzacyjnym i dobrymi własnościami mechanicznymi (mikrotwardością, wytrzymałością na zginanie) [12,17,18] oraz zadowalającą odpornością na starzenie i zmęczenie cieplne [24]. Jednak w literaturze niewiele jest informacji odnośnie nowych kompozytów opartych na siloranach.

Celem niniejszej pracy było określenie wpływu technologii fotopolimeryzacji, w tym czasu ekspozycji i rodzaju lampy, na niezawodność kompozytów opartych na siloranach i porównawczo na klasycznych związkach metakrylanowych, w warunkach laboratoryjnych testów wytrzymałości na zginanie.

2. Materiał i metoda

Badano kompozyty o nazwach handlowych: Filtek Silorane (3M ESPE) – FSi, Gradia Direct Anterior (GC) - GDA, Gradia Direct Posterior (GC) - GDP, Herculite XRV (Kerr) – H. Dane dotyczące kompozytów podano w tabeli 1.

Obecnie na rynku dostępnych jest wiele stomatologicznych materiałów kompozytowych światłoutwardzalnych. Większość z nich posiada matrycę metakrylanową. Tworzy ją kilka związków chemicznych. Podstawową grupę stanowią monomery np.: aromatyczna żywica Bis-GMA oraz jej pochodne, dimetakrylan uretanowy i UDMA. W skład matrycy metakrylanowej wchodzi również komonomery takie jak np.: TEGDMA i HEMA, które mają mniejszą masę cząsteczkową i zmniejszają lepkość żywicy podstawowej. Natomiast w przypadku siloranów matrycę siloranową stanowi hybryda złożona po połowie z cząsteczek siloranów i oxiranów [12,17]. Taka różnica w budowie matrycy powoduje, że podczas utwardzania (polimeryzacji) pierścienie monomerów otwierają się, co powoduje ich prostowanie i rozszerzenie, odmiennie niż w przypadku metakrylanów gdzie monomery łączą się „przesuwając” się względem siebie, co powoduje znaczną utratę objętości, a tym samym negatywne kliniczne skutki wynikające ze skurczu polimeryzacyjnego [7,12].

Wypełniacz, dla osnowy zarówno metakrylanów jak i siloranów stanowią cząsteczki na bazie dwutlenku krzemu oraz cząstki ze szkła fluoro-glinowo-krzemowego. Rolę czynnika wiążącego żywicę i nieorganiczny wypełniacz pełnią najczęściej związki krzemoorganiczne, winylowe i aminowe.

Tab. 1. Wykaz badanych kompozytów

Material	Producent	Typ	Zawartość wypełniacza (wt%)	Rozmiar cząsteczek wypełniacza
Filtek Silorane (FSi)	3M ESPE	Siloran	76	0,1 – 1 μm
Gradia Direct Ant (GDA)	GC	Mikrohybryda	73	Średnio 0,85 μm
Gradia Direct Post. (GDP)	GC	Mikrohybryda	77	Średnio 0,85 μm
Herculite XRV (H)	Kerr	Mikrohybryda	79	0,6 μm

Autorzy zastosowali procedury utwardzania dwoma rodzajami światła: lampą diodową L.E.Demetron 1 (SDS/Kerr) oraz lampą halogenową Astralis 7 (Ivoclar Vivadent). Dane techniczne lamp podano w tabeli 2.

Tab. 2. Charakterystyka lamp stosowanych w badaniach

Lampa	Typ	Producent	Długość fali [nm]	Moc [mW/cm ²]
L.E.Demetron 1 (LED)	LED	SDS/Kerr	450÷470	200÷800
Astralis 7 (HAL)	Halogen	Ivoclar-Vivadent	400÷510	750

Przyjęto czas naświetlania 40 sek. i 60 sek. Czas 40 sek. jest zalecany przez producenta materiałów. Autorzy wprowadzili eksperymentalnie czas 60 sek. kierując się doniesieniami literaturowymi [5,13,21], w których sugeruje się, że wydłużenie czasu naświetlania zwiększa efektywność polimeryzacji poprzez zwiększenie stopnia konwersji. Stopień konwersji oznacza ile procentowo wiązań podwójnych w strukturze polimeru zostało nasyconych (przekształciło się w wiązanie pojedyncze) [25]. W zależności od warunków procesu fotopolimeryzacji stopień konwersji zawiera się w przedziale 65% do 80%. [22,29]

Badanie wytrzymałości na zginanie

Do badań wytrzymałości został zastosowany test wytrzymałości na zginanie trójpunktowe TFS (Three Point Flexure Strength). Próbkę do badań (N = 20) wykonano w formie belek pryzmatycznych prostopadłościennych o wymiarach 2mm x 2mm x 25mm zgodnie z normą PN-EN ISO 4049. Badanie prowadzono przy prędkości przesuwu trawersy 0,5 mm/min, przy zachowaniu rozstawu podpór 20mm. Promienie podpór i trzpienia realizującego wymuszenie wynosiły 1mm (rys. 2).

Wytrzymałość (σ) obliczano na podstawie wzoru:

$$\sigma = \frac{3PL}{2bd^2} \text{ [MPa]} \quad (1)$$

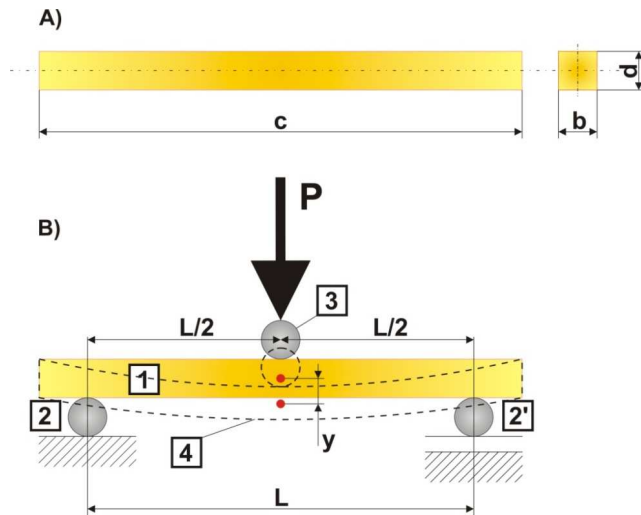
gdzie:

P – obciążenie w trakcie próby [N]

L – rozstaw podpór [mm]

b – szerokość próbki [mm]

d – grubość próbki [mm]



Rys. 2. Schemat próbki do badań (A) i stanowiska do badań wytrzymałości w warunkach testu trójpunktowego zginania - TFS (B): 1 – próbka; 2 – podpora stała; 2' – podpora przesuwana, 3 – trzpień obciążający; 4 – belka ugięta; L – rozstaw podpór; c , b , d , - wymiary próbki; y – ugięcie belki

Analiza statystyczna

Wyniki testów wytrzymałości na zginanie zostały pogrupowane w zbiory według: rodzaju kompozytu (FSi, GDA, GDP, H), rodzaju lampy (HAL, LED) i czasu naświetlania (40s, 60s). W celu zweryfikowania istotności różnic między zbiorami wyników przeprowadzono analizę wariancji jednej zmiennej (ANOVA). Zastosowano test F – *Snedecora*. Następnie w celu oceny istotności różnic bezpośrednich między zbiorami przyporządkowanymi poszczególnym procedurom fotopolimeryzacji zastosowano test HSD Tukey'a.

Do analizy niezawodności badanych kompozytów wykorzystano dwuparametrowy rozkład Weibulla. W ogólności dystrybuanta (P_f) rozkładu Weibulla (z dodatnimi parametrami σ_0 , m , i σ_u), jest opisana zależnością [16]:

$$P_f = 1 - \exp \left[- N \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (2)$$

gdzie:

σ – obciążenie niszczące,

σ_0 – parametr skali,

m – parametr kształtu,

σ_u – parametr położenia,

e – stała ($e = 2.71828\dots$),

N – liczność próby.

P_f – prawdopodobieństwo zniszczenia

W przypadku gdzie liczność próby N jest stała we wszystkich rozpatrywanych zbiorach (tutaj określonych czasem naświetlania i rodzajem lampy) można wielkość N pominąć w obliczeniach [2,31].

W przypadku założenia zerowej wartości parametru położenia $\sigma_u = 0$ rozkład Weibulla staje się dwuwymiarowy. Przy tych założeniach na podstawie równania (2) można napisać wzór na prawdopodobieństwo przeżycia (prawdopodobieństwo przetrwania) P_s :

$$P_s = 1 - P_f = 1 - \left(1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \right) \quad (3)$$

Powyższe równanie po zlogarytmowaniu może być uproszczone, do postaci liniowej

$$y = ax + b \quad (4)$$

a więc:

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{P_s} \right) \right] = m \ln(\sigma) - m \ln(\sigma_0) \quad (5)$$

Punkt przecięcia osi Y przez prostą aproksymującą jest zależny od $-m \ln(\sigma_0)$, natomiast współczynnik nachylenia prostej aproksymującej jest parametrem kształtu rozkładu Weibulla m .

3. Wyniki badań

W tabeli 3 przedstawiono statystyki opisowe wyników badań wytrzymałości na zginanie: liczność próby (N), wartość średnią, wartości minimalną i maksymalną, wartości odchylenia standardowego i współczynnika zmienności oraz wartość modułu Weibull'a.

Najwyższą średnią wartość wytrzymałości na zginanie uzyskano dla materiału FSi po zastosowaniu lampy HAL i naświetlaniu przez 60s. (119,5 MPa). Materiał Filtek Siloran (FSi) miał najwyższą wytrzymałość we wszystkich procedurach fotopolimeryzacji (HAL 40, HAL 60, LED 40, LED 60). Natomiast najniższą wytrzymałość we wszystkich grupach uzyskano w przypadku materiału GDA (67,48 MPa w zbiorze LED 60).

Tab. 3. Statystyki opisowe wyników badań wytrzymałości na zginanie

Material	LCU	Time [s]	Descriptive statistic of RBC bending strength [MPa]					Co.Var. [%]
			N	Mean	Min	Max	St.Dev.	
FSi	HAL	40	20	108,15	85,10	126,00	9,00	8,32
		60	20	119,50	100,00	142,00	9,92	8,30
	LED	40	20	108,26	90,90	134,00	11,95	11,04
		60	20	107,76	82,60	143,00	13,15	12,20
GDA	HAL	40	20	77,77	63,90	86,60	5,52	7,10
		60	20	74,98	58,10	89,00	8,68	11,58
	LED	40	20	68,16	57,00	81,80	6,86	10,07
		60	20	67,48	41,80	83,30	9,35	13,86
GDP	HAL	40	20	84,15	76,60	91,00	3,74	4,45
		60	20	82,03	67,00	94,00	6,12	7,46
	LED	40	20	79,66	62,60	92,60	7,88	9,90
		60	20	76,08	56,10	95,70	11,97	15,73
H	HAL	40	20	107,23	69,90	125,00	13,26	12,37
		60	20	99,60	49,40	130,00	16,61	16,68
	LED	40	20	102,61	76,50	122,00	10,16	9,90
		60	20	102,05	79,90	124,00	12,09	11,84

Tab. 4. Wyniki analizy wariancji (test F – Snedecora)

Analysis of Variance (p < 0,05)								
Matrial	SS - Effect	df - Effect	MS - Effect	SS - Error	df - Error	MS - Error	F	p
FSi	1968,09	3	656,03	9408,01	76	123,79	5,30	0,002266
GDA	1546,80	3	515,60	4567,62	76	60,10	8,58	0,000056
GDP	718,22	3	239,40	4880,74	76	64,22	3,73	0,014753
H	608,14	3	202,71	13321,91	76	175,29	1,16	0,332002

Wyniki analizy wariancji uzyskane w teście F - Snedecora (tab. 4) pozwoliły na odrzucenie hipotezy zerowej o braku różnic między wpływem odmiennych procedur fotopolimeryzacji w przypadku trzech materiałów: FSi, GDA i GDP. Najwyższe różnice wykazano w grupie wyników GDA (F = 8,58). Natomiast nie wykazano istotnych różnic w porównaniach grup wytrzymałości materiału H.

W bezpośrednich porównaniach grup wyników w teście HSD Tukey'a (tab. 5) stwierdzono istotne różnice wytrzymałości materiału FSi w trzech przypadkach: pomiędzy grupą HAL 40 i HAL 60, pomiędzy grupą HAL 60 i LED 40, oraz pomiędzy grupą HAL 60 i LED 60. Ponadto stwierdzono istotne różnice wytrzymałości materiału GDA porównując grupy wyników: HAL 40 i LED 40, grupy HAL 40 i LED 60, grupy HAL 60 i LED 40 oraz HAL 60 i LED 60. W przypadku materiału GDP wykazano różnice porównując grupy HAL 40 i LED 60 oraz grupy HAL 60 i LED 60. Natomiast w przypadku materiału H nie wykazano istotnych różnic wytrzymałości (wynikających z doboru procedur fotopolimeryzacji).

Tab. 5. Wyniki testu post-hoc HSD Tukey'a ($p < 0,05$)

FSi				
	{1} - M=108,14	{2} - M=119,50	{3} - M=108,25	{4} - M=107,76
HAL 40s {1}		0,009864	0,99999	0,999588
HAL 60s {2}	0,009864		0,0108	0,007141
LED 40s {3}	0,99999	0,0108		0,999066
LED 60s {4}	0,999588	0,007141	0,999066	
GDA				
	{1} - M=77,765	{2} - M=74,980	{3} - M=68,155	{4} - M=67,475
HAL 40s {1}		0,66862	0,001193	0,000538
HAL 60s {2}	0,66862		0,033632	0,015878
LED 40s {3}	0,001193	0,033632		0,992558
LED 60s {4}	0,000538	0,015878	0,992558	
GDP				
	{1} - M=84,145	{2} - M=82,030	{3} - M=79,660	{4} - M=76,075
HAL 40s {1}		0,837899	0,295872	0,011169
HAL 60s {2}	0,837899		0,786106	0,096001
LED 40s {3}	0,295872	0,786106		0,494301
LED 60s {4}	0,011169	0,096001	0,494301	
H				
	{1} - M=107,22	{2} - M=99,600	{3} - M=102,61	{4} - M=102,04
HAL 40s {1}		0,271535	0,68929	0,60542
HAL 60s {2}	0,271535		0,88935	0,936703
LED 40s {3}	0,68929	0,88935		0,999175
LED 60s {4}	0,60542	0,936703	0,999175	

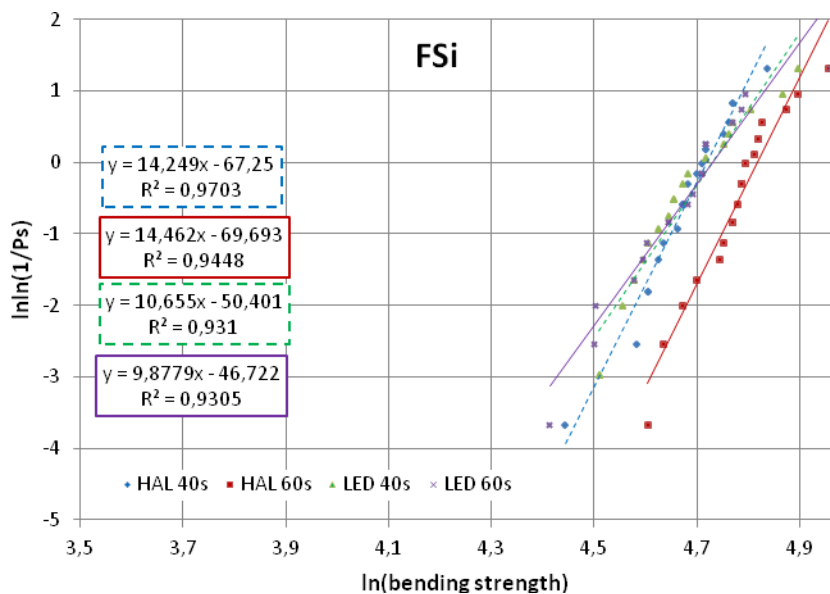
W tabeli 6 podano wyniki aproksymacji danych eksperymentalnych za pomocą rozkładu Weibull'a: współczynnik determinacji R^2 , wytrzymałość charakterystyczną (parametr skali) σ_0 oraz moduł Weibull'a (parametr kształtu) m . Zestawiono również średnie wartości parametru m i odchylenia standardowe w zbiorach przyporządkowanych poszczególnym materiałom: FSi, GDA, GDP, H.

Największą wartość modułu Weibulla uzyskano dla grupy wyników GDP HAL 40 ($m = 27,28$). Najwyższą średnią wartość modułu uzyskano w przypadku kompozytu GDP ($m = 15,69$), jednakże stwierdzono tu również największe odchylenie standardowe ($st.dev. = 8,45$). Potwierdza to znaczące zróżnicowanie wyników pomiędzy podgrupami fotopolimeryzacji. Najniższą wartość odchylenia wartości średniej modułu m odnotowano dla materiału FSi ($st.dev. = 2,38$). Najniższą średnią wartość modułu Weibulla uzyskano dla materiału H ($m = 9,00$; $st.dev. = 2,42$), również dla tego materiału uzyskano wartość minimalną modułu całej badanej populacji ($m = 5,88$).

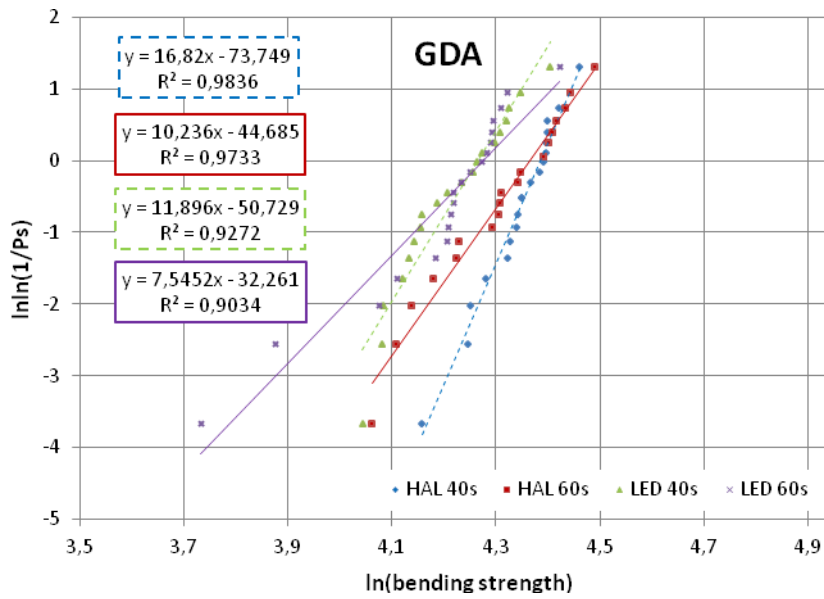
Tab. 6. Współczynnik determinacji R^2 , wytrzymałość charakterystyczna σ_0 (MPa), moduł Weibull'a m kompozytów FSi, GDA, GDP, H w teście 3-punktowego zginania

Material	LCU	Time [s]	σ_0	R^2	Weibull mod. m	Weibull mod. m	
						Mean	St.Dev.
FSi	HAL	40	112	0,97	14,25	12,31	2,38
		60	122	0,95	14,46		
	LED	40	112	0,93	10,65		
		60	112	0,93	9,88		
GDA	HAL	40	81	0,98	16,82	11,63	3,90
		60	81	0,97	10,24		
	LED	40	72	0,93	11,90		
		60	72	0,90	7,54		
GDP	HAL	40	86	0,96	27,28	15,69	8,45
		60	85	0,97	16,00		
	LED	40	84	0,97	11,88		
		60	79	0,94	7,60		
H	HAL	40	116	0,95	8,91	9,00	2,42
		60	106	0,86	5,88		
	LED	40	105	0,97	11,76		
		60	106	0,93	9,44		

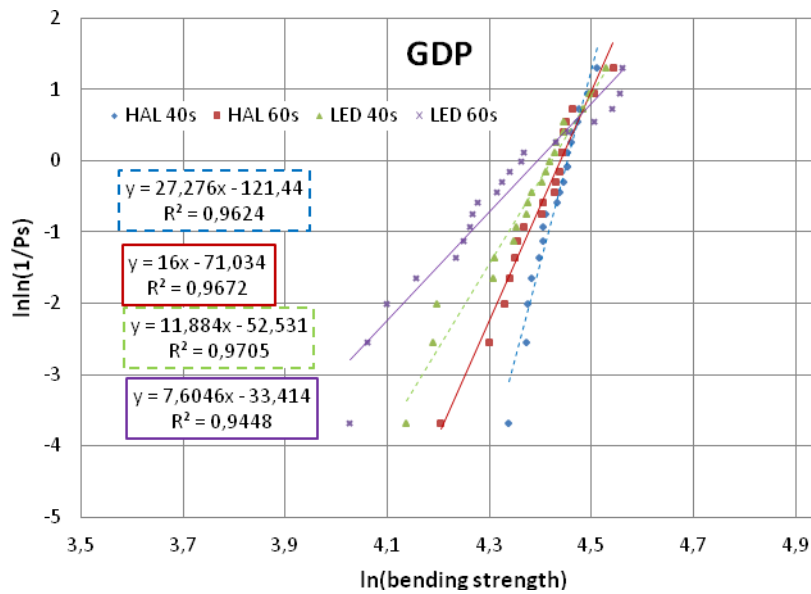
Liniową aproksymacją po logarytmicznym przekształceniu wyników testów wytrzymałości na zginanie oraz równania regresji i współczynniki determinacji przedstawiono na rysunkach nr 3 do nr 6.



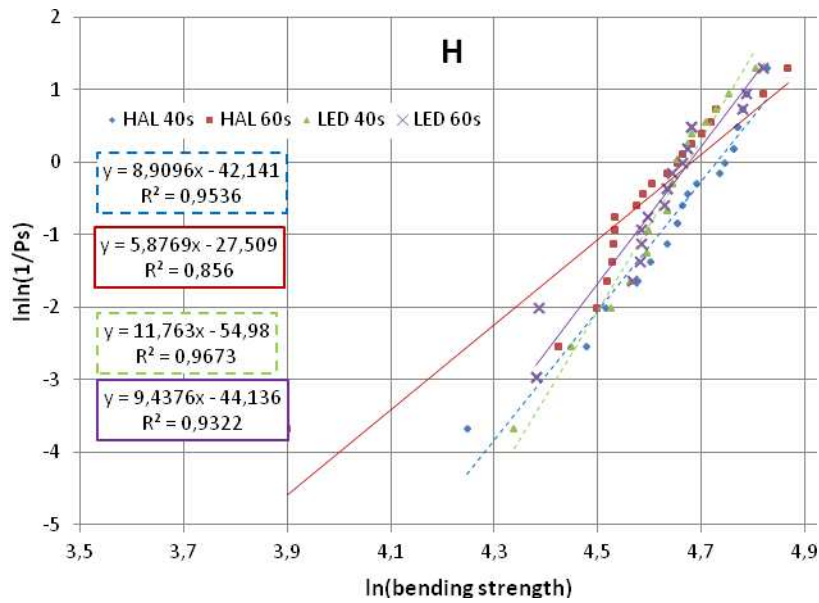
Rys. 3. Aproksymacja rozkładu prawdopodobieństwa wytrzymałości na zginanie kompozytu FSi



Rys. 4. Aproksymacja rozkładu prawdopodobieństwa wytrzymałości na zginanie kompozytu GDA

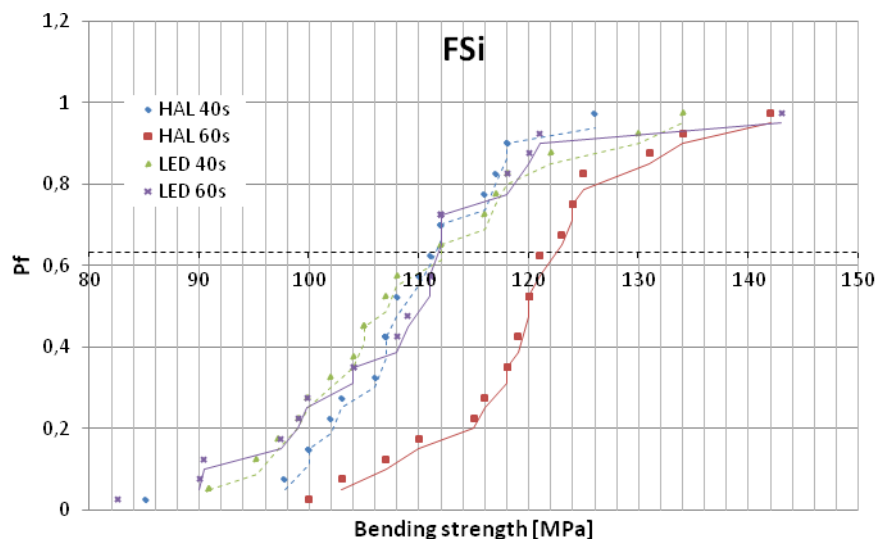


Rys. 5. Aproksymacja rozkładu prawdopodobieństwa wytrzymałości na zginanie kompozytu GDP

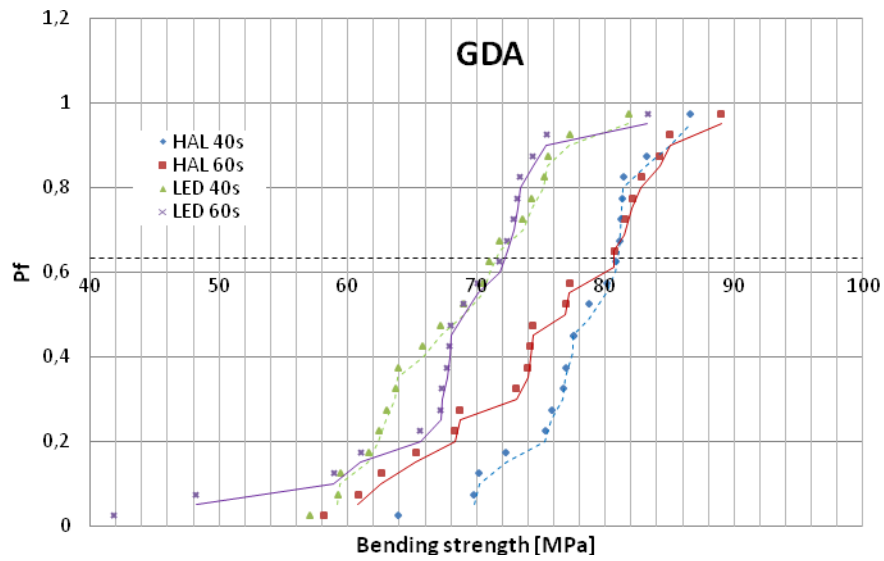


Rys. 6. Aproksymacja rozkładu prawdopodobieństwa wytrzymałości na zginanie kompozytu H

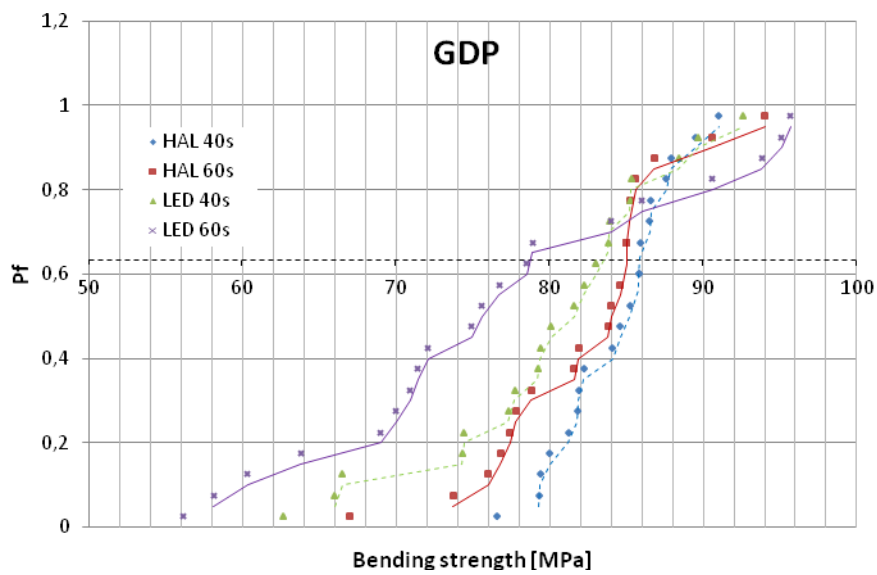
Wykresy empirycznej funkcji zawodności (dystrybuanty rozkładu Weibull'a) ze względu na wytrzymałość na zginanie badanych kompozytów przedstawiono na rysunkach nr 7 do nr 10. Na wykresach zaznaczono przerywaną linią poziom prawdopodobieństwa uszkodzenia $P_f = 0,632$ odpowiadający wytrzymałości charakterystycznej σ_0



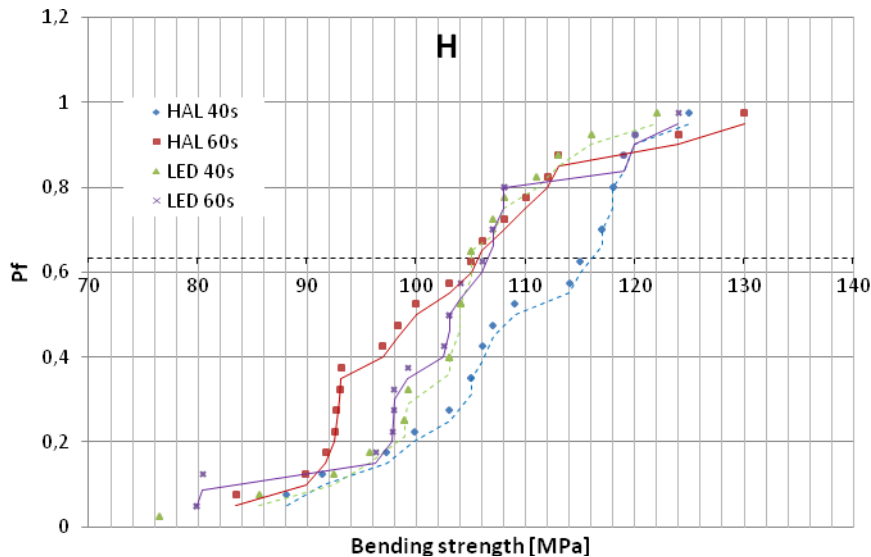
Rys. 7. Funkcja zawodności kompozytu FSi ze względu na wytrzymałość na zginanie przy różnych procedurach fotopolimeryzacji



Rys. 8. Funkcja zawadności kompozytu GDA ze względu na wytrzymałość na zginanie przy różnych procedurach fotopolimeryzacji



Rys. 9. Funkcja zawadności kompozytu GDP ze względu na wytrzymałość na zginanie przy różnych procedurach fotopolimeryzacji



Rys. 10. Funkcja zawadności kompozytu H ze względu na wytrzymałość na zginanie przy różnych procedurach fotopolimeryzacji

4. Dyskusja

Wykazano zróżnicowany, w zależności od typu kompozytu, wpływ procedur fotopolimeryzacji na wytrzymałość badanych materiałów oraz na ich niezawodność w aspekcie wytrzymałości na zginanie. W grupie kompozytów opartych na związkach metakrylanowych wytrzymałość średnia w testowanej próbie (tab. 3) maleje w sposób statystycznie istotny po zmianie lampy z halogenowej (HAL) na diodową (LED) w przypadku materiałów GDA i GDP, natomiast w przypadku materiału H zmiany te są nieistotne (tab. 4). Wykazano, że materiał H charakteryzuje się przy tym dość dużym rozrzutem pomiędzy wynikami poszczególnych obserwacji (współczynnik zmienności 9,90% - 16,68%). Podobne tendencje dotyczące spadku wytrzymałości występują także przy zwiększaniu czasu naświetlania z 40 sek. na 60 sek.

W rozpatrywanej grupie konwencjonalnych polimerów bazujących na metakrylanach opisane powyżej prawidłowości potwierdzają się także w dziedzinie niezawodności (tab. 6, rys. 8, rys.9, rys. 10) chociaż nie są tutaj tak jednoznaczne. Zmiana lampy z halogenowej na diodową ma wyraźny i negatywny wpływ na wytrzymałość charakterystyczną jedynie w przypadku materiału GDA. Natomiast w materiale GDP wpływ ten jest nieznaczny. W obydwóch przypadkach nie zauważa się wpływu przedłużonego czasu naświetlania. W przypadku materiału H zarówno zmiana lampy jak i wydłużenie czasu naświetlania obniża charakterystyczną wytrzymałość na zginanie. Należy zauważyć przy tym, że moduł Weibull'a m dla materiału H ma małą wartość. W literaturze niską wartość modułu Weibull'a autozy interpretuje się jako wynik dużego rozproszenia wad strukturalnych w próbkach, równoznaczny z jego niską niezawodnością. [20,23]

W porównaniu z konwencjonalnymi kompozytami opartymi na związkach metakrylanowych korzystnie wyróżnia się materiał FSi oparty na związkach siloranowych. Stwierdzono tu dużą wartość (największą spośród rozpatrywanych materiałów) wytrzymałości charakterystycznej $\sigma_0 = 112 \text{ do } 122 \text{ MPa}$ (tab. 6) oraz dużą wartość modułu Weibull'a $m = 12,31$ co daje podstawę do względnie wysokiej oceny niezawodności tego materiału. Przebieg funkcji

niezawodności (rys. 7) wskazuje, że intensywny wzrost prawdopodobieństwa uszkodzeń ze względu na wytrzymałość na zginanie następuje powyżej 100 MPa podczas gdy dla kompozytów konwencjonalnych szybki wzrost prawdopodobieństwa zniszczenia następował już przy 60 -90 MPa. Może to wynikać z różnicy skurczu polimeryzacyjnego, który jak wiadomo jest przyczyną powstawania wewnętrznych naprężeń szczątkowych w materiale. Skurcz polimeryzacyjny materiału Filtek Siloran ocenia się na $\leq 1,0\%$ [12] natomiast skurcz polimeryzacyjny kompozytów opartych na związkach metakrylanowych zawiera się w przedziale 2,0 – 3,0 % [28,32]. Ponadto w przypadku kompozytu FSi stwierdzono, że zwiększenie czasu naświetlania lampą halogenową z 40 sek. na 60 sek. wpływa na wzrost wytrzymałości charakterystycznej, natomiast nie ma wpływu na niezawodność (moduł Weibull'a). Wykazano również, że zmiana lampy na diodową nie ma wpływu na wytrzymałość kompozytu FSi.

Przeprowadzone badania wskazują, że w przypadku niektórych grup testowych (materiał GDA – grupa LED 40 i LED 60, materiał GDP – grupa LED 60, materiał H – grupa HAL 60 i LED 60) występują małe wartości współczynnika determinacji (poniżej 0,95). Niektórzy autorzy sugerują, że może to być spowodowane niejednorodnością własności materiału w próbce na skutek niedoskonałej procedury fotopolimeryzacji, polegającej na zakładkowym naświetlaniu powierzchni próbki przez wiązkę światła lampy [19,27] w związku z czym w próbkach występują obszary podwójnie naświetlane.

5. Wnioski

1. Wykazano, że w warunkach testu trójpunktowego zginania zmiana rodzaju lampy do fotopolimeryzacji z halogenowej (HAL) na diodową (LED):

- w przypadku kompozytu FSi o małym skurczu polimeryzacyjnym opartym na siloranach nie wpływa na zmianę wytrzymałości charakterystycznej kompozytu, natomiast ma wpływ na wzrost jego niezawodności (charakteryzowanej przez moduł Weibull'a)
- w przypadku konwencjonalnych kompozytów o większym skurczu polimeryzacyjnym opartych na związkach metakrylanowych (GDA, GDP, H) następuje na ogół zmniejszenie wytrzymałości charakterystycznej natomiast wzrasta niezawodność materiału (wzrasta moduł Weibull'a)

2. Wykazano, że zwiększenie czasu polimeryzacji z 40 sek. na 60 sek.

- w przypadku materiału Filtek Siloran (FSi) przy użyciu lampy halogenowej wpływa na wzrost wytrzymałości ale nie zmienia niezawodności kompozytu, natomiast przy użyciu lampy diodowej nie ma wpływu na wytrzymałość i tylko nieznacznie zwiększa niezawodność
- w przypadku konwencjonalnych kompozytów opartych na związkach metakrylanowych (GDA, GDP, H) zarówno przy użyciu lampy halogenowej jak i diodowej nie zmienia wytrzymałości natomiast poprawia niezawodność

3. Zastosowana metoda analizy wyników badań polegająca na wykorzystaniu rozkładu Weibull'a w odniesieniu do testów wytrzymałości na 3-punktowe zginanie rozszerza możliwość wstępnej oceny przydatności eksploatacyjnej nowych materiałów stomatologicznych.

Piśmiennictwo

1. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA, Bis-GMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites *Dental Materials* 1998;14: 51—6.
2. Davies D.G.S.: The statistical approach to engineering design in ceramics. *Proceedings of the British Ceramic Society* 1973;22: 429—52.
3. Della Bona A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: I – The relationship of microstructure composition, properties and fractography *J Appl Oral Sci* 2005; 13: 1-9
4. Della Bona A., Anusavice K.J., DeHoff P.H. Weibull analysis and flexural strength of hot-press core and veneered ceramic structures *Dent Mater* 2003; 19: 662-669
5. Dunn W.J., Bush A.C. A comparison of polymerization by light emitting diode and halogen-based light curing units *J Am Dent Assoc* 2002; 122: 335-341
6. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water—effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *Journal of Biomedical Materials Research* 1998; 42: 465—72
7. Filtek™ Silorane; www.3M.com
8. Heath M.R., Prinz J.F. Oral processing of foods and the sensory evaluation of texture, in: A.J. Rosenthal (Ed.), *Food Texture: Measurement and Perception*, Gaithersburg, 1999
9. ISO 4049 Dentistry – Polymer-based filling, restorative and luting materials 2000
10. Kelsey WP, Latta MA, Shaddy RS, Stanslav CM. Physical properties of three packable resin-composite restorative materials. *Operative Dentistry* 2000; 25: 331—5.
11. Konopka T. Wprowadzenie do metodologii badań nieeksperymentalnych *Czas. Stomatol.* 2009; (62)7: 597-604
12. Lien W., Vandewalle K.S. Physical properties of a new silorane-based restorative system *Dent. Mater.* 2010; 26: 337-344
13. Lodhi T.A. Surface hardness of different shades and types of resin composite cured with a high Power LED light curing unit *University of Western Cape*; 2006
14. Manhart J, Kunzelmann KH, Chen HY, Hickel R. Mechanical properties of new composite restorative materials. *Journal of Biomedical Materials Research* 2000; 53: 353—61.
15. McCabe J.F., Carrick T.E. A statistical approach to the mechanical testing of dental materials *Dent. Mater.* 1986; 2: 139-142
16. Migdalski J.: *Inżynieria niezawodności. Poradnik.* Wyd. ATR ZETOM, Warszawa 1992.
17. Moszner N., Salz U. New development of polymeric dental composites *Prog. Polym. Sci* 2001; 26: 535-536
18. Musanje L., Ferracane J.L. Effects of resin formulation and nanofiller surface treatment on the properties of experimental hybrid resin composite. *Biomaterials* 2004; 25: 4065-71
19. Palin W.M., Fleming G.J.P., Marquis P.M. The reliability of standardized flexure strength testing procedures for a light-activated resin-based composite. *Dental Materials* 2005; 21: 911—919

20. Palin W.M., Fleming G.J.P., Burke F.J.T., Marquis P.M., Randall R.C. The reliability in flexural strength testing of a novel dental composite *J of Dent.* 2003; 31: 549-557
21. Peris A.R., Mitsui F.H.O., Amaral C.M., Ambrosano G.M.B., Pimenta L.A.F. the effect of composite type of microhardness when using quarto-tungsten-halogen (QTH) of LED lights *Oper Dent* 2005; 30(5): 649-654
22. Peutzfeld A. Resin composites in dentistry the monomer system *Eur J Oral Sci* 1997; 105: 97-116
23. Pick B., Meira J.B.C., Driemeier L., Braga R.R. A critical view on biaxial and short-beam uniaxial flexural strength tests applied to resin composites Using Weibull, fractographic and finite element analyses *Dent Mater* 2010; 26: 83-90
24. Pieniak D., Niewczas A.M., Kordos P. Influence of thermal fatigue and ageing on the microhardness of polymer-ceramic composites for biomedical applications *Maintenance and Reliability – Eksploatacja i Niezawodnosc* 2012; (14)2: 181-188
25. Powers J.M., Sakaguchi R.L. *Craig's Restorative Dental Materials*, Twelfth Edition, 2006
26. Ritter J.E. Critique of test methods for lifetime predictions *Dent. Mater.* 1995; 11: 147-151
27. Rodriguez S. A. Jr., Ferracane J.L., Della Bona A. Flexural strength and Weibull analysis of a microhybrid and a nanofill composite evaluated by 3- and 4- point bending tests *Dent Mater* 2008; 24: 426-431
28. Sakaguchi R.L., Peters M.C.R.B., Nelson S.R., Douglas W.H., Poort H.W. Effects of polymerisation contraction in composite restorations *Journal of Dentistry* 1992; 20: 178-82
29. Santerre J.P., Shaji Z., Leung B.W. Relation of dental composite formulations to their degradation and release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products, *Crit Rev Oral Biol Med* 2001; 12: 136-151
30. Sinval A. Rodrigues Junior, Jack L. Ferracane, Alvaro Della Bona. Flexural strength and Weibull analysis of a microhybrid and a nanofill composite evaluated by 3- and 4-point bending tests. *dental materials* 2008; 24: 426–431.
31. Stanley P., Fessler H., Sivil A.D.: An engineer's approach to the prediction of failure probability in brittle components. *Proceedings of the British Ceramic Society* 1973; 22: 453—87.
32. Watts D.C., Hindi A.A. Intrinsic 'soft start' polymerisation shrinkage kinetics in an acrylate-based resin-composite *Dental Materials* 1999; 15: 39-45