

# اندازه‌گیری میزان انقباض پلیمریزاسیون خطی در کامپوزیت ایرانی ایده آل ماکو (IDM) لایت کیور

دکتر مریم قوام\* - دکتر طاهره جعفرزاده\*\* - دکتر پرنیان علیزاده اسکویی\*\*\*

\*استادیار گروه آموزشی ترمیمی دانشکده دندانپزشکی دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی تهران

\*\*استادیار گروه آموزشی مواد دندانی دانشکده دندانپزشکی دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی تهران

\*\*\*دستیار گروه آموزشی ترمیمی دانشکده دندانپزشکی دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی تهران

**Title:** Measurement of linear polymerization shrinkage in light cure Ideal Makoo composite resin.

**Authors:** Ghavam M. Assistant Professor\*, Jafarzadeh T. Assistant Professor \*\*, Alizadeh Oskouei P. Resident\*

**Address:** \* Dept. of Operative Dentistry, Faculty of Dentistry, Tehran University of Medical Sciences

\*\* Dept. of Dental Material, Faculty of Dentistry, Tehran University of Medical Sciences

**Abstract:** Polymerization shrinkage of light cure composite resins causes many complications in conservative and esthetic restorations. The objective of this in-vitro study was to evaluate the polymerization shrinkage, degree of conversion and the amount of filler in IDM and tetric ceram composites. Ten disk shaped, uncured specimens (8mm×1.547mm) of each composite were placed on glass slide in the center of the metal attached to it. Then specimens were light cured for 60s from underneath. After 30 minutes, the thickness of specimens, using a micrometer and the percent of the polymerization shrinkage of each sample were measured. Statistical analysis was carried out by t-test ( $P<0.05$ ). Also the degree of conversion of specimens was evaluated with FTIR and the mineral filler content was measured by burning in electric oven. Polymerization shrinkage in IDM and tetric ceram was not significantly different. Degree of conversion and mineral filler content in tetric ceram was greater than that of IDM.

It is assumed that the low degree of conversion in IDM is due to its chemical composition and filler content. Also, the similarity in linear polymerization shrinkage between IDM and tetric ceram may be caused by the low degree of conversion in IDM.

**Key words:** Polymerization shrinkage- Degree of conversion- FTIR

*Journal of Dentistry, Tehran University of Medical Sciences (Vol. 14, No: 3, 2001)*

## چکیده

انقباض پلیمریزاسیون کامپوزیت رزین‌ها منجر به بروز مشکلاتی در ترمیم‌های زیبایی و محافظه‌کارانه شده است. در این مطالعه (in-vitro)، متوسط درصد انقباض پلیمریزاسیون خطی دو نوع کامپوزیت لایت کیور IDM و تتریک‌سرام مورد بررسی قرار گرفت؛ همچنین به طور همزمان، درجه تبدیل و درصد فیلر معدنی دو کامپوزیت اندازه‌گیری شد. تعداد ده نمونه به شکل دیسک به ابعاد  $8 \times 1.547$  میلی‌متر از هر کامپوزیت روی لام میکروسکوپ و در مرکز رینگ فلزی متصل به آن تهیه شد. نمونه‌ها از قسمت تحتانی لام به مدت ۶۰ ثانیه تحت تابش نور قرار گرفتند و بعد از ۳۰ دقیقه تغییرات ضخامت نمونه‌ها با میکرومتر Helios اندازه‌گیری و درصد انقباض خطی هر نمونه محاسبه شد. جهت بررسی نتایج از روش t-test

استفاده شد ( $P < 0.05$ )؛ در عین حال متوسط درجه تبدیل نمونه‌ها با FTIR و محتوای فیلر معدنی به وسیله سوزاندن در کوره الکتریکی اندازه‌گیری شد. نتایج نشان داد که بین درصد انقباض خطی دو نمونه کامپوزیت تفاوت معنی‌داری وجود ندارد و درجه تبدیل و محتوای فیلر معدنی در تتریک‌سرام بیشتر از IDM می‌باشد. به نظر می‌رسد درجه تبدیل پایین در IDM به ترکیب شیمیایی و محتوای فیلر آن مربوط باشد و تشابه انقباض خطی پلیمریزاسیون IDM با تتریک‌سرام می‌تواند ناشی از درجه تبدیل پایین آن باشد.

کلید واژه‌ها: انقباض پلیمریزاسیون - درجه تبدیل - FTIR

مجله دندانپزشکی دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی، درمانی تهران (دوره ۱۴، شماره ۳، سال ۱۳۸۰)

## مقدمه

درمان و تغییر رنگ مارژینال را به همراه دارد (۶)؛ به همین دلیل انجام مطالعات در زمینه انقباض پلیمریزاسیون حائز اهمیت کلینیکی زیادی می‌باشند.

برای بررسی انقباض پلیمریزاسیون از دو روش حجمی و غیر حجمی استفاده می‌شود. روش حجمی عمدتاً به وسیله دیلاتومتر انجام می‌گیرد؛ در روش غیر حجمی هم استرین تک بعدی ماده بررسی می‌شود (۲، ۸، ۱۷). در این مطالعه انقباض پلیمریزاسیون خطی (غیر حجمی)، درجه تبدیل و محتوای فیلر معدنی مورد بررسی قرار گرفته است.

## روش بررسی

در این مطالعه کامپوزیت‌های لایت‌کیور IDM و تتریک‌سرام مورد استفاده قرار گرفتند. IDM محصول شرکت ایده‌آل ماکو می‌باشد و طبق ادعای کارخانه دارای ماتریس Bis-GMA (بیسفنول گلیسیدیل دی متاکریلات) و UDMA (اورتان دی‌متاکریلات) و فیلر میکروهیبرید است. تتریک‌سرام هم محصول شرکت Vivadent می‌باشد و نظیر IDM دارای ماتریس Bis-GMA و UDMA و فیلر میکروهیبرید است. البته لازم به ذکر است که مواد اولیه IDM از شرکت DCL انگلیسی تهیه می‌شود و عملیات اختلاط و بسته‌بندی در داخل کشور انجام می‌گیرد. اجزای تشکیل دهنده دو کامپوزیت در جدول شماره ۱ آورده

کامپوزیت رزین‌ها در حین سخت‌شدن با مشکل انقباض پلیمریزاسیون مونومرهای متاکریلات مواجه هستند. با وجود تلاش وسیع در جهت حذف یا کاهش این پدیده، هنوز هم به عنوان عامل محدود کننده کاربرد کامپوزیت‌ها مطرح می‌باشد. انقباض پلیمریزاسیون یک کُمیت بُرداری و پدیده‌ای وابسته به زمان است و در دو مرحله صورت می‌گیرد: Pre - gelation و Post - gelation.

در مرحله اول Plastic Flow اتفاق می‌افتد و از این طریق عمده تنش ایجاد شده ناشی از انقباض برطرف می‌شود؛ اما بعد از Gel Point به دلیل افزایش ضریب یانگ ماده، استرس انقباض افزایش می‌یابد که این امر از نظر کلینیکی حائز اهمیت است (۱، ۲). از عوامل مرتبط با انقباض پلیمریزاسیون می‌توان به درجه تبدیل و ژئومتری ترمیم اشاره کرد (۳، ۴).

بر اساس مطالعات انجام شده، عمده انقباض پلیمریزاسیون در چند دقیقه اول اتفاق می‌افتد و بعد از ۳۰ دقیقه تقریباً به حالت ثابت باقی می‌ماند و همین دقایق اولیه از نظر آسیب به تمامیت باند بین رزین و دندان اهمیت دارد؛ به طوری که ترمیم قبل از اعمال نیروهای اکلوزالی در وضعیت Pre- Stressed قرار می‌گیرد (۱، ۵) و عوارضی چون ایجاد گپ مارژینال، عود پوسیدگی، حساسیت بعد از

شده است.

دقیقه بعد از تابش نور با میکرومتر Helios اندازه‌گیری و برای هر نمونه سه بار تکرار شد و متوسط مقادیر محاسبه گردید.

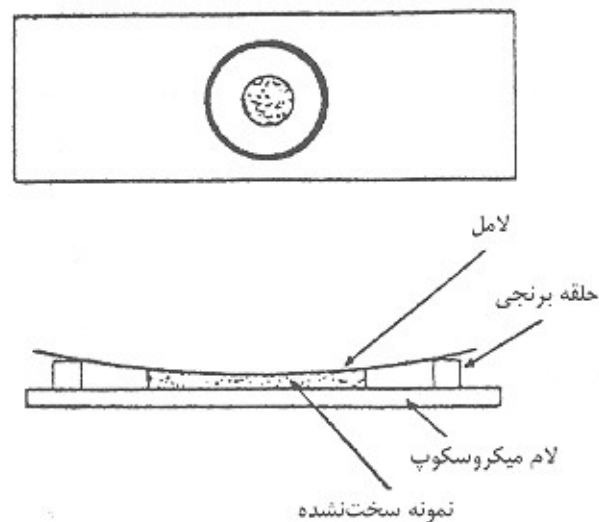
برای این که اندازه‌گیری در همه نمونه‌ها به یک نحو باشد، از پیچ کوچک میکرومتر جهت پیچاندن استفاده شد و بعد از سه صدای متوالی که نشان‌دهنده تماس لبه‌های میکرومتر با نمونه بود، اعداد خوانده شد. درصد انقباض پلیمریزاسیون بر اساس فرمول  $100 \times \frac{\Delta L}{L_0}$  محاسبه و برای مطالعه آماری از t-test استفاده شد ( $P < 0.05$ ).

در مرحله بعدی جهت بررسی درجه تبدیل، مواد با روش طیف‌سنجی مادون قرمز (FTIR) مورد بررسی قرار گرفتند و از نمونه‌ها طیف IR تهیه شد. به این ترتیب که از خمیر کامپوزیت‌های پلیمریزه نشده روی دیسک‌های پتاسیم برومید اسمیرهایی به ضخامت ۵۰ میکرون تهیه شد و به کمک دستگاه پیک‌های جذب قبل از سخت شدن کامپوزیت در Transmission Mode گرفته شد. از دیسک‌های پلیمریزه شده در مرحله اول مطالعه هم بلافاصله بعد از اندازه‌گیری تغییرات ابعادی محوری سه دیسک به صورت تصادفی انتخاب و در هاون چینی به صورت پودر درآورده شد. ۵۰ میکروگرم از هر پودر با ۵۰ میلی‌گرم پودر پتاسیم برومید IR-grade مخلوط و سپس به صورت دیسک تهیه شد و از آن پیک جذب در Diffusion Reflection Mode گرفته شد. بر اساس مقادیر انتگرال به دست آمده متوسط درجه تبدیل هر کامپوزیت از نسبت جذب ( $1638 \text{ cm}^{-1}$  peak) بر C-C ( $1608 \text{ cm}^{-1}$  peak) بعد و قبل از سخت شدن و بر اساس فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$\%DC = 100 \times \frac{[C=C/C-C]_{\text{بعد از سخت شدن}}}{[C=C/C-C]_{\text{قبل از سخت شدن}}}$$

در مرحله بعد جهت بررسی محتوای فیلر، از روش Burn Out در کوره الکتریکی استفاده شد. از هر گروه

به منظور اندازه‌گیری انقباض پلیمریزاسیون خطی از ماده خمیری هر کامپوزیت ده نمونه به شکل دیسک و به ابعاد  $8 \times 1/547$  میلی‌متر تهیه شد. این نمونه‌ها در مرکز رینگ فلزی با سطح مقطع مربعی به قطر داخلی ۱۶ و ارتفاع  $1/547$  میلی‌متر که روی لام میکروسکوپ ( $1 \times 25 \times 75$  میلی‌متر) چسبانده شده بود، قرار گرفتند (تصویر شماره ۱).



تصویر شماره ۱- نمای شماتیک نمونه دیسک کامپوزیتی در مرکز رینگ فلزی روی لام میکروسکوپ

روی رینگ و کامپوزیت توسط Cover-Slip شیشه‌ای میکروسکوپ به ضخامت  $0.13$  میلی‌متر پوشیده شد. جهت اطمینان از عدم جابه‌جایی Cover-Slip در همه نمونه‌ها وزنه ۵۰ گرمی روی رینگ و لامل قرار گرفت. لام همراه با نمونه روی دو پایه به نحوی قرار داده شد که امکان تابش نور از سطح تحتانی لام امکان‌پذیر باشد. هر نمونه توسط دستگاه لایت کیور که شدت آن قبلاً اندازه‌گیری شده بود، به مدت ۶۰ ثانیه تحت تابش نور قرار گرفت. بر اساس مطالعات در این روش انقباض به طور عمده در جهت عمودی است؛ به همین دلیل تغییرات ضخامت نمونه، ۳۰

مورد تتریک سرام با مطالعه Park و همکاران همخوانی دارد. علت این پدیده Internal Derangement مونومرهای کامپوزیت در اثر فشرده شدن ماده داخل سرنگ مطرح شده است (۹).

درجه تبدیل کامپوزیت‌ها به وسیله FTIR که جزو حساسترین تکنیک‌ها می‌باشد، مورد بررسی قرار گرفت (۱۰). طبق نتایج جدول شماره ۳ می‌توان بیان داشت که مقدار باندهای دوگانه باقیمانده در IDM بیشتر از تتریک سرام است.

بر اساس مطالعه Ruyter و همکاران میزان باندهای دوگانه باقیمانده در پلیمر با مقدار Bis-GMA موجود در کامپوزیت قبل از پلیمریزاسیون مرتبط است (۱۱).

با توجه به جدول شماره ۱ محتوای Bis-GMA در IDM بیشتر از تتریک سرام است (۱۴/۳٪ در برابر ۸/۳٪). بزرگی مولکول Bis-GMA به علت ایجاد کاهش تحرک در کل ماده درجه تبدیل را کاهش می‌دهد. از طرف دیگر در IDM به جای TEG-DMA از یک دیول‌دی‌متاکریلات به عنوان رقیق کننده استفاده شده است. این ماده یک هوموپلی‌مر است که بسته به تعداد گروه‌های متیلن در آن میزان انقباض به صورت خطی کاهش می‌یابد. از طرف دیگر وزن مولکولی بالای این ماده هم عاملی دیگر در درجه تبدیل پایین می‌باشد (۱۲).

با توجه به رابطه مستقیم بین درجه تبدیل و انقباض پلیمریزاسیون می‌توان بیان داشت که اگر درجه تبدیل IDM به حد تتریک سرام برسد باید انتظار انقباض پلیمریزاسیون بیشتری را داشت؛ البته مقادیر انقباض در این مطالعه در سی دقیقه اول بعد از تابش نور اندازه‌گیری شد. لازم به ذکر است بعضی از کامپوزیت‌ها دارای پلیمریزاسیون بعد از تابش نور هستند و احتمال می‌رود IDM به دلیل دارا بودن مولکول‌هایی با وزن بالا جزو این

چهار نمونه به صورت تصادفی انتخاب گردید و پس از وزن شدن به مدت ۳ ساعت در درجه حرارت ۷۰-۷۵ درجه سانتی‌گراد در کوره الکتریکی قرار داده شد و بر اساس وزن خاکستر باقیمانده متوسط درصد فیلر معدنی هر کامپوزیت محاسبه شد:

$$100 \times \frac{\text{وزن خاکستر}}{\text{وزن اولیه}} = \text{درصد وزنی فیلر}$$

## یافته‌ها

نتایج حاصل از بررسی تغییرات ضخامت و درصد انقباض خطی نمونه‌ها در جدول شماره ۲ آورده شده است. متوسط درصد انقباض خطی در IDM ۱/۱۱٪ و در تتریک سرام ۰/۹۴٪ می‌باشد.

بین دو نمونه از نظر متوسط درصد انقباض خطی تفاوت آماری معنی‌داری مشاهده نشد؛ همچنین افزایش تدریجی میزان انقباض از ابتدا به انتهای سرنگ در هر دو کامپوزیت وجود داشت؛ به طوری که بیشترین میزان انقباض در  $\frac{1}{3}$  انتهای سرنگ بود. نتایج اندازه‌گیری درجه تبدیل و میزان فیلر معدنی در جدول شماره ۳ آورده شده است. متوسط درجه تبدیل در تتریک سرام بیشتر از IDM است (۶۶/۵٪ برای IDM و ۷۵/۵٪ برای تتریک سرام).

## بحث

در مطالعه حاضر انقباض پلیمریزاسیون خطی به عنوان فاکتور مهم در ارزیابی عملکرد کلینیکی دو ماده هم‌رنگ دندان تحت عنوان IDM و تتریک سرام مورد بررسی قرار گرفت. آزمون t اختلاف معنی‌داری بین دو کامپوزیت مورد مطالعه از نظر میزان انقباض خطی تفاوت معنی‌داری نشان نداد؛ هر چند میزان انقباض خطی در IDM بیشتر از تتریک سرام است. در هر دو کامپوزیت هم بیشترین میزان انقباض به  $\frac{1}{3}$  انتهای سرنگها مربوط می‌شود که البته در

مواد باشد و به همین دلیل نیز درجه تبدیل آن بتدریج افزایش یابد؛ البته همزمان با آن انقباض پلیمریزاسیون نیز بیشتر می‌شود. میزان فیلر معدنی نیز در IDM کمتر از تتریک‌سرام است (۶۶/۵٪ در برابر ۷۵/۵٪)؛ همان‌طور می‌دانیم که محتوای فیلر خود یکی از عوامل کنترل‌کننده انقباض پلیمریزاسیون است.

جدول شماره ۱- ترکیب و مقدار موجود در کامپوزیت‌های IDM و تتریک‌سرام

ایده‌آل ماکو		تتریک‌سرام	
درصد وزنی (گرم)	ترکیب	درصد وزنی (گرم)	ترکیب
۱/۴۳	Bis- GMA	۸/۳	Bis- GMA
۰/۴۲	اورتان دی‌متاکریلات	۷/۶	اورتان دی‌متاکریلات
۰/۰۲	تثبیت‌کننده، کاتالیست	۴/۳	تری‌اتیلن گلایکول دی‌متاکریلات
۱/۰۷	Ytterbium trifluoride	۵/۰۶	فیلر باریوم گلاس سیلانیزه‌شده
۰/۳۵	دی‌متاکریلات دکان‌دیول	۱۷/۰	Ytterbium trifluoride
۴/۷	سیلیکا	۵/۰	اکسیدهای مختلف سیلانیزه شده
۲/۰۱	سیلانیزه‌شده	۵/۰	Ba- Al- Fluorosilcate-glass, silanized
۰/۰۰۲	رنگدانه‌های اکسید آهن	۱/۰	High dispersed silica, silanized
		۰/۹	Additives
		۰/۳	کاتالیست و تثبیت‌کننده
		<۰/۱	رنگدانه‌ها

جدول شماره ۲- تغییرات ضخامت و درصد انقباض خطی نمونه‌های کامپوزیت IDM و تتریک‌سرام (TC)، ۳۰ دقیقه بعد از تابش نور ۱۱/۵۴۷ L میلی‌متر

$\frac{\Delta L}{L_0} \times 100$		$\frac{\Delta L}{L_0}$		$\Delta L$		$L_1$ (mm)		طول و تغییرات مربوطه محل کامپوزیت در سرنگ
TC	IDM	TC	IDM	TC	IDM	TC	IDM	
۰/۴	۰/۴	۰/۰۰۴	۰/۰۰۴	۰/۰۰۷	۰/۰۰۷	۱/۵۴۰	۱/۵۴۰	$\frac{1}{3}$ ابتدایی سرنگ
۰/۴	۰/۹	۰/۰۰۴	۰/۰۰۹	۰/۰۰۷	۰/۰۱۴	۱/۵۴۰	۱/۵۳۳	
۰/۴	۰/۹	۰/۰۰۴	۰/۰۰۹	۰/۰۰۷	۰/۰۱۴	۱/۵۴۰	۱/۵۳۳	
۰/۹	۱/۱	۰/۰۰۹	۰/۰۱۱	۰/۰۱۵	۰/۰۱۷	۱/۵۳۲	۱/۵۳۰	$\frac{1}{3}$ میانی سرنگ
۱/۱	۱/۱	۰/۰۱۱	۰/۰۱۱	۰/۰۱۷	۰/۰۱۷	۱/۵۳۰	۱/۵۳۰	
۱/۲	۱/۱	۰/۰۱۲	۰/۰۱۱	۰/۰۱۹	۰/۰۱۷	۱/۵۲۸	۱/۵۳۰	
۱/۲	۱/۱	۰/۰۱۲	۰/۰۱۱	۰/۰۱۹	۰/۰۱۷	۱/۵۲۸	۱/۵۳۰	$\frac{1}{3}$ انتهایی سرنگ
۱/۲	۱/۷	۰/۰۱۲	۰/۰۱۷	۰/۰۱۹	۰/۰۱۷	۱/۵۲۸	۱/۵۳۰	
۱/۴	۱/۷	۰/۰۱۴	۰/۰۱۷	۰/۰۲۲	۰/۰۲۷	۱/۵۲۵	۱/۵۲۰	

جدول شماره ۳- درجه تبدیل و درصد فیلر معدنی در دو نوع کامپوزیت IDM و تتریک سرام (TC)

کامپوزیت	درجه تبدیل DC (درصد)	میزان فیلر معدنی (درصد)
تتریک سرام	۷۳	۷۵/۵
ایده آل ماکو	۴۸	۶۶/۵

لازم به ذکر است که در این مطالعه به دلیل عدم دسترسی به LVDT Transducer و میکرومتر دیجیتالی ناگزیر از استفاده از میکرومتر معمولی برای بررسی انقباض محوری شدیم. علی‌رغم تلاش در جهت دقیقتر عمل کردن احتمال خطا وجود دارد و جهت اطمینان بیشتر مطالعات با وسایل پیشرفته و دقیق‌تر الزامی است.

### نتیجه‌گیری

میزان انقباض پلیمریزاسیون خطی در ۳۰ دقیقه اول بعد از تابش نور در کامپوزیت IDM و تتریک سرام تفاوت

### منابع:

- 1- Sakaguchi. RL, Sasik CT, Bunczak MA, Douglas WH Strain gauge method for measuring polymerization contraction of composite restoratives. J Dent Res 1991; 10: 312-16.
- 2- Watts DC, Cash AJ. Kinetic measurements of photo-polymerization contraction in resins and composites. S Sci Technol 2 (1991); 788-94.
- 3- Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Quantitative determination of stress reduction by flow of composite restoration. Dent Mater 1990; 6: 171-75.
- 4- Schwartz RS, Summitt JB, Robbins JW, Dos Santos Jose. Fundamentals of Operative Dentistry. Quintessence 1996 Chaper 6, 7.
- 5- Bandyopadhyay S. A study of the volumetric setting shrinkage of some dental materials. J Biomed Mater Res 1982; 16: 135-44.
- 6- Suliman. Abdul-Hag, Boyer Daniel B, Lakes Roderic S. Polymerization shrinkage of composite resins: comparison with deformation. J Prosthet Dent 1994; 71:7-12.
- 7- Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Curing contraction of composites and glass- ionomer cements. J Prosthet Dent March 1988; 59(3): 297-300.
- 8- Davidson CL, Feilzer AJ. Polymerization shrinkage and polymeriaztion shrinkage stress in polymer-based restoratives. J Dent 1997; 25 (6): 435-40.
- 9- Park SH, Krejci I, Lutz F. Consistency in the amount of linear polymerization shrinkage in syringe-type composites. Dent Mater March 1999; 15: 442-46.
- 10- Dewald JP, Ferracane JL. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light activated composites. J Dent Res 1987; 66: 727-30.
- 11- Asmussen. Erik. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. Scand J Dent Res 1982; 90: 490-96.
- 12- Bogdal, Dariusz Pielichowski Jan, Boron Adam. Application of diol dimethacrylate in dental composites and their influence on polymerization shrinkage. J Applied Polymer Science 1997; 66: 2333-7.

معنی‌دار نداشت.

در هر دو کامپوزیت میزان انقباض از ابتدا به انتهای سرنگ افزایش داشت.

درجه تبدیل و درصد فیلر معدنی تتریک سرام بیشتر از IDM بود.

با توجه به درجه تبدیل بالاتر تتریک سرام، عدم اختلاف در میزان انقباض دو کامپوزیت، ممکن است ناشی از عدم پلیمریزاسیون کافی IDM باشد.

### تشکر و قدردانی

بدین‌وسیله از راهنمایی‌های ارزنده آقایان مهندس پور نعمتیان و مهندس عطایی و مساعدت بی‌دریغ آقای رنجی دانشجوی کارشناسی ارشد شیمی در تمامی مراحل انجام مطالعه تشکر و قدردانی می‌گردد.