

# The effect of SiO<sub>2</sub> nano-filler addition into heat-cured poly methyl methacrylate on three-point flexural strength

Sajjad Pezeshki<sup>1</sup>, Saharnaz Hassanzadeh Kourandeh<sup>2</sup>

1- Assistant Professor, Department of Prosthodontic, School of Dentistry, Zanjan University of Medical Sciences, Zanjan, Iran

2- Dental Student, School of Dentistry, Zanjan University of Medical Sciences, Zanjan, Iran

| Article Info   | Abstract   |
|--|--|
| <p><b>Article type:</b><br/>Original Article</p>   | <p><b>Background and Aims:</b> Poly methyl methacrylate (PMMA) is still the most commonly used material in prosthetic dentistry. However, there are problems with the mechanical properties of this type of material including low flexural strength. Addition of nanoparticles into the polymer is one way to improve the mechanical properties of acrylic resin. In the present study, the effect of silicon dioxide (SiO<sub>2</sub>) nanoparticles addition into the heat-cured acrylic resin in different concentrations was investigated. Because of the controversy had been observed in previous articles, the aim of this study was to investigate the mechanical properties of PMMA/SiO<sub>2</sub> nanoparticle obtained from different percentages of SiO<sub>2</sub>.</p> |
| <p><b>Article History:</b><br/>Received: 22 May 2020<br/>Accepted: 25 Dec 2020<br/>Published: 30 Dec 2020</p>  | <p><b>Materials and Methods:</b> In this in-vitro study, acrylic resin specimens containing 0, 1, 3 and 5% silicon dioxide (SiO<sub>2</sub>) were prepared. The specimens were placed inside the gypsum molds and placed under pressure for three times. The mold cured in boiling water for 30 min. A trimmer was used to remove the additives. Sandpapers with 180, 320 and 600 grains of silicon-carbide were used for final finishing and polishing. Finally, the flexural strengths were measured using a universal testing machine. Data were finally analyzed by ANOVA and Tukey tests at a significant level of 5% using SPSS software.</p>  |
| <p><b>Corresponding Author:</b><br/>Sahamaz Hassanzadeh Kourandeh<br/><br/>School of Dentistry, Zanjan<br/>University of Medical Sciences,<br/>Zanjan, Iran<br/><br/>(Email: sahamazhd@gmail.com)</p>                                | <p><b>Results:</b> The mean flexural strengths and standard deviations of control group, 1% filler, 3% filler, and 5% filler, were 57.24±8.30, 69.98±7.26, 60.16±9.18, and 61.59±9.28 MPa, respectively. After comparing significant values between each group with the control group, a significant difference was observed between the control and 1% filler group (P=0.021). However, no significant difference was observed between 3 and 5% fillers with the control group or each other. The significant differences (P-value) between 3% filler and control group were 0.892 and between 5% filler and control group was 0.975.</p>   |
|  | <p><b>Conclusion:</b> The results of the present study showed that the use of low percentage of silicone dioxide (SiO<sub>2</sub>) nanofiller could improve the flexural strength of poly methyl methacrylate acrylic resin.</p>   |
|  | <p><b>Keywords:</b> Acrylic resin, Poly methyl methacrylate, Silica nanoparticles, Silicon dioxide, Flexural strength</p>  |
|  | <p>Journal of Dental Medicine-Tehran University of Medical Sciences 2021;33(4):209-219</p>   |
| <p>Cite this article as: Pezeshki S, Hassanzadeh Kourandeh S. The effect of SiO<sub>2</sub> nano-filler addition into heat-cured poly methyl methacrylate on three-point flexural strength. J Dent Med-TUMS. 2021;33(4):209-219.</p> |  |



## بررسی تأثیر افزودن نانو فیلهای سیلیکون دی اکساید به رزین آکریلی پلی متیل متاکریلات گرما پخت بر روی استحکام خمشی سه نقطه‌ای

سجاد پزشکی<sup>۱</sup>، سحرناز حسن زاده کورنده<sup>۲</sup>

۱- استادیار گروه آموزشی پروتزهای دندانی، دانشکده دندانپزشکی، دانشگاه علوم پزشکی زنجان، زنجان، ایران

۲- دانشجوی دندانپزشکی، دانشکده دندانپزشکی، دانشگاه علوم پزشکی زنجان، زنجان، ایران

| اطلاعات مقاله   | چکیده  |
|---|--|
| <p><b>نوع مقاله:</b><br/>مقاله پژوهشی</p> <p>وصول: ۹۹/۰۳/۰۲<br/>اصلاح نهایی: ۹۹/۱۰/۰۵<br/>تأیید چاپ: ۹۹/۱۰/۱۰</p>   | <p><b>زمینه و هدف:</b> پلی متیل متاکریلات (PMMA) (Poly methyl methacrylate) هنوز متداول‌ترین ماده در پروتز به شمار می‌رود. با این حال مشکلاتی در رابطه با خصوصیات مکانیکی ماده از جمله استحکام خمشی پایین وجود دارد. افزودن نانو ذرات به پلیمر یکی از راه‌های بهبود خصوصیات مکانیکی رزین آکریلی به شمار می‌رود. در مطالعه حاضر، تأثیر افزودن نانو ذرات سیلیکون دی اکساید (SiO<sub>2</sub>) با غلظت‌های مختلف به رزین آکریلی گرم‌پخت بر روی استحکام خمشی مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به اینکه در مطالعات پیشین نتایج متناقضی در افزودن نانو ذرات SiO<sub>2</sub> بر رزین‌های آکریلی با درصد‌های متفاوت مشاهده شد، هدف از مطالعه حاضر بررسی خصوصیت مکانیکی استحکام خمشی نانو ذرات PMMA/SiO<sub>2</sub> حاصل از درصد‌های مختلف SiO<sub>2</sub> بود.</p>   |
| <p><b>نویسنده مسوول:</b><br/>سحرناز حسن زاده کورنده</p> <p>دانشکده دندانپزشکی، دانشگاه علوم پزشکی زنجان، زنجان، ایران<br/>(Email: saharhazhd@gmail.com)</p> | <p><b>روش بررسی:</b> در این مطالعه آزمایشگاهی، نمونه‌های رزین آکریلی حاوی ۰، ۱، ۳ و ۵ درصد سیلیکون دی اکساید (SiO<sub>2</sub>) تهیه شدند. نمونه‌ها داخل مفل‌های گچی گذاشته شده و سه بار تحت فشار قرار گرفتند. مفل‌ها به مدت ۳۰ دقیقه در دمای جوش باقی ماندند. لبه‌های اضافی نمونه‌ها توسط تریمر گرفته شد. جهت فینیش و پالیش نهایی نیز از ورقه سناده با گرین‌های ۱۸۰، ۳۲۰ و ۶۰۰ استفاده شد. در نهایت، استحکام خمشی با استفاده از دستگاه Universal Testing Machine اندازه‌گیری شد و داده‌های به دست آمده در نهایت توسط نرم افزار SPSS، آنالیز واریانس یک طرفه (ANOVA) و آزمون تعقیبی Tukey در سطح معنی‌داری ۰/۰۵ تحلیل شد.</p> <p><b>یافته‌ها:</b> میانگین و انحراف معیار استحکام خمشی در گروه‌های کنترل، فیلر ۱٪، فیلر ۳٪ و فیلر ۵٪ به ترتیب ۵۷/۸±۳۴/۳۰، ۶۰/۹±۱۶/۱۸، ۶۱/۹±۵۹/۲۸ و ۶۰/۹±۱۶/۱۸ (MPa) به دست آمد. بعد از محاسبه مقادیر معنی‌داری بین هر گروه با گروه کنترل، تفاوت معنی‌داری بین فیلر ۱٪ و کنترل مشاهده شد (P=۰/۰۲۱). با این حال، تفاوت معنی‌داری بین گروه فیلهای ۳ و ۵ درصد با گروه کنترل و یا با یکدیگر مشاهده نشد. به این صورت که مقدار P-value بین گروه کنترل و گروه فیلر ۳٪ برابر ۰/۸۹۲ و همچنین این مقدار بین گروه کنترل و گروه فیلر ۵٪ برابر با ۰/۹۷۵ محاسبه شد.</p> <p><b>نتیجه‌گیری:</b> نتایج مطالعه حاضر نشان داد استفاده از نانو فیلر سیلیکون دی اکساید (SiO<sub>2</sub>) با درصد کم می‌تواند باعث بهبود استحکام خمشی رزین آکریلی پلی متیل متاکریلات گرم‌پخت شود.</p> <p><b>کلید واژه‌ها:</b> رزین آکریلی، پلی متیل متاکریلات، نانو ذرات سیلیکا، سیلیکون دی اکساید، استحکام خمشی</p> <p>مجله دندانپزشکی دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی، درمانی تهران<br/>دوره ۳۳، شماره ۴، زمستان ۱۳۹۹، ۲۰۹-۲۱۹</p> |

## مقدمه

در میان پلیمرهای متنوع، پلی متیل متاکریلات (PMMA) یکی از پلیمرهای رزینی است که تحقیقات گسترده‌ای در رابطه با خصوصیات مکانیکال و کامومکانیکال آن انجام شده است (۱). PMMA از نظر خصوصیات نوری شفاف است و ترمپولاستیک نیز می‌باشد (۲). کاربرد آسان، سهولت تعمیر و قابلیت پالیش شدن آن باعث شده که از PMMA برای کاربردهای مختلفی در پروتز استفاده شود (۳،۴).

با این حال مشکلاتی در رابطه با خصوصیات مکانیکی ماده از جمله استحکام ضربه‌ای کم و مقاومت کششی پایین وجود دارد. کافی نبودن استحکام خمشی ماده می‌تواند منجر به ایجاد شکستگی یا ایجاد ترک تحت نیروی جویند گردد (۵،۶). مطالعات متعدد حاکی از شکسته شدن تعداد بسیار بالایی (۷۶٪) از این بیس‌های رزینی بعد از ۳-۲ سال استفاده است (۷،۸). از طرف دیگر چون رزین‌ها در دهان با انواع مختلف شرایط و میکروب‌های دهانی در ارتباط هستند، باید خصوصیات مکانیکی مناسبی داشته باشند (۹). برای ایجاد خصوصیات مناسب در رزین‌ها و همچنین جلوگیری از شکستن آن‌ها تلاش‌های متعددی انجام شده است (۱۰). وارد کردن مواد و ترکیبات مختلف نظیر فایبرها، فلزات، فیبرهای پودری و نانو ذراتی نظیر کربن نانوتیوب‌ها و نانو ذرات سیلیکا به PMMA باعث تغییر در خصوصیات مکانیکی آن‌ها می‌شود (۱۱).

پیشرفت‌های اخیر در تکنولوژی نانو موجب تحول در علوم مختلف از جمله ساخت مواد پلیمری و کامپوزیتی شده است. بسیاری از خواص منحصر به فرد این ذرات ناشی از نسبت سطح به حجم بالای این مواد است (۱۲). رزین‌هایی که در آن‌ها از نانو ذرات استفاده شده است، به دلیل اینکه این ذرات باعث ایجاد اتصالات متقاطع قوی در پلیمر می‌شوند، دارای قدرت و خصوصیات مکانیکی بالاتری هستند. کوچک کردن ذرات در حد نانو در مواد، ابزار قدرتمندی برای تولید ساختارهایی با خواص مکانیکی عالی و استحکام فوق العاده زیاد شناخته شده است. استفاده از ذرات در ابعاد نانو در ساخت مواد کامپوزیتی می‌تواند موجب افزایش استحکام و مقاومت شیمیایی و حرارتی این مواد گردد (۱۳).

نانو ذرات سیلیکا، کریستال‌های بدون شکل (آمورف) با آرایش نامنظم اتم‌ها) هستند که به خوبی با مواد دندانی مخلوط می‌شوند (۱۴،۱۵). افزودن این نانو ذرات می‌تواند سبب افزایش استحکام و سختی موادی که در ترکیب آن‌ها قرار می‌گیرند، بشوند. اضافه شدن اندکی از

این ترکیب می‌تواند مقاومت در برابر استرس وارده به ترکیبات پلیمری را افزایش دهد (۱۵). به این ترتیب، این خصوصیات نانو ذرات سیلیکون دی اکساید (SiO<sub>2</sub>) را به یک ماده با اثر تقویت کنندگی بالا تبدیل کرده است (۱۶،۱۷). نانو ذرات سیلیکا به دلیل مقاومت بالا به شکستگی و زیست‌سازگاری بالای آن برای استفاده همراه با PMMA ترجیح داده می‌شوند (۱۸).

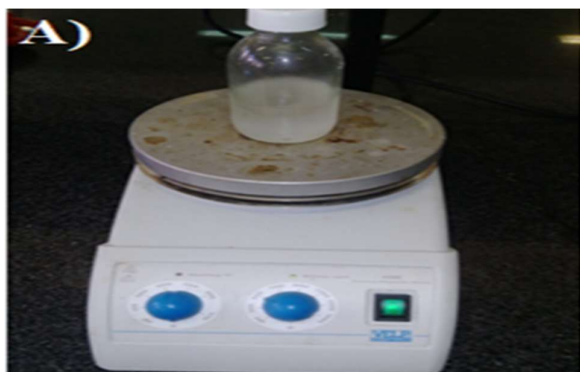
در سال ۲۰۱۴، Alamel و Mudhaffer (۱۹) به بررسی اثر افزودن سیلیکون دی اکساید (SiO<sub>2</sub>) به پلی متیل متاکریلات گرمپخت (PMMA) پرداختند. در این مطالعه، SiO<sub>2</sub> با درصدهای ۳، ۵ و ۷ درصد به مونومر اضافه شده و با استفاده از دستگاه اولتراسونیک به خوبی با هم مخلوط شدند. سپس، سختی و استحکام خمشی نمونه‌های تهیه شده مورد بررسی قرار گرفتند. نتایج نشان داد که میزان سختی و استحکام خمشی نمونه‌ها در گروه‌های ۳ و ۵ درصد نسبت به گروه کنترل افزایش معناداری داشت. با این حال، در گروه ۷٪ کاهش شدیدی در سختی و استحکام خمشی نمونه‌ها مشاهده شد.

Akkuş و همکاران (۱۷) در مطالعه ای دیگر به بررسی اثر افزودن نانو ذرات SiO<sub>2</sub> و Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> بر روی استحکام خمشی رزین‌های آکریلی گرمپخت (PMMA) پرداختند. نمونه‌های رزین آکریلی با استفاده از پروتکل ISO ۱۵۶۷ تهیه شدند. سپس رزین‌ها با درصدهای مختلف ۱ و ۳ درصد با نانو ذرات مخلوط شدند. نمونه‌ها به مدت ۴۸ ساعت در آب مقطر در دمای ۳۷ درجه سانتی‌گراد قرار گرفتند. سپس استحکام خمشی سه نقطه‌ای نمونه‌ها با استفاده از دستگاه Universal Testing Machine با سرعت ۵ میلی متر در دقیقه اندازه گیری شدند. نتایج نشان داد افزودن نانو ذرات SiO<sub>2</sub> و Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> باعث کاهش استحکام خمشی نمونه‌ها می‌شود (۱۷).

همچنین در سال ۲۰۱۲، Da Silva و همکاران (۱۶) اثر اضافه کردن سیلیکا به رزین‌های آکریلی گرمپخت (PMMA) را مورد مطالعه قرار دادند. در این مطالعه خصوصیات مکانیکی این ترکیبات پلیمری مورد بررسی قرار گرفت. از درصدهای مختلف ۰/۱، ۰/۵، ۱ و ۵ درصد از سیلیکا برای تهیه رزین‌های پلیمری استفاده شد. نتایج نشان داد سیلیکا ۱٪ به طور قابل توجهی باعث افزایش استحکام خمشی می‌شود. در حالی که سیلیکا ۵٪ کمترین میزان استحکام خمشی را از خود نشان داد.

الف) گروه شاهد با ۰٪ نانو فیلر (۰ گرم بر میلی لیتر)  
 ب) گروه آزمون با ۱٪ نانو فیلر (۰/۰۲۵ گرم بر میلی لیتر)  
 ج) گروه آزمون با ۳٪ نانو فیلر (۰/۰۷۵ گرم بر میلی لیتر)  
 د) گروه آزمون با ۵٪ نانو فیلر (۰/۱۲۵ گرم بر میلی لیتر)

درصد نانوهای مذکور بر اساس گروه‌های کنترل به مایع مونومر اضافه شدند. بدین منظور پودر نانو با استفاده از ترازوی دیجیتالی (BAL/09, EK-610i, d=0,01gr, Model:4D) به مقادیر ۲/۵، ۷/۵ و ۱۲/۵ گرم وزن شد و هر کدام در ۱۰۰ میلی لیتر محلول مونومر اضافه شد تا ترکیباتی با ۱، ۳ و ۵ درصد نانو به دست آید (۱۹،۲۱). ذرات نانو با استفاده از دستگاه مگنتیک استیرر (Heating Magnetic Stirrer, ARE, EURONDA.S.P.A, Italy) با دور ۵۰۰ rpm در محلول مونومر حل شد (شکل A-۱). جهت حل شدن بهتر نانو ذرات در مونومر، سه محلول با هم در دستگاه sonicator-60Hz (Sonicator, Eurosonic 4D, Germany) قرار گرفت (۲۲) (شکل B-۱).



شکل ۱- حل کردن نانو ذرات در محلول مونومر به وسیله مگنت استیرر (A) و سونیکاتور (B)

در مطالعه‌ای دیگر که در سال ۲۰۱۹ توسط Zidan و همکاران (۲۰) صورت گرفت، نانو ذرات زیرکونیا  $ZrO_2$  در ۶ گروه با غلظت‌های مختلف ۰، ۱/۵، ۳، ۵، ۷ و ۱۰ درصد به PMMA اضافه کردند و به بررسی چندین خصوصیت مکانیکی شامل استحکام خمشی، استحکام فشاری و سختی سطحی پرداختند. نتایج مطالعه آن‌ها نشان داد که بیشترین افزایش استحکام در گروه وزنی ۵٪ مشاهده شد حال آنکه با وجود بهبود خصوصیات مکانیکال در گروه ۳٪ ولی نتایج این گروه معنی‌دار نبود. با توجه به اینکه در مطالعات پیشین نتایج متناقضی در افزودن نانو ذرات  $SiO_2$  بر رزین‌های آکریلی با درصد‌های متفاوت مشاهده شد، هدف از مطالعه حاضر بررسی خصوصیت مکانیکی استحکام خمشی نانو ذرات PMMA/ $SiO_2$  حاصل از درصد‌های مختلف  $SiO_2$  بود.

### روش بررسی

از پلی متیل متاکریلات برای تهیه نمونه‌های مطالعه به صورت تصادفی (به صورت خالص یا همراه با  $SiO_2$ ) استفاده می‌شود. با توجه به مطالعات قبلی تعداد کل نمونه‌های به دست آمده برای انجام آزمایش به صورت زیر است:

$$n_0 = \frac{\left[ Z_{1-\frac{\alpha}{2}} + Z_{1-\beta} \right]^2 (\sigma_1^2 + \sigma_2^2)}{(\mu_1 - \mu_2)^2} = \frac{(1.96 + 0.84)^2 * (36 + 102)^2}{(102 - 88)^2} = 8$$

$$1.96 = z_{1-\frac{\alpha}{2}} \quad \text{و} \quad 0.84 = z_{1-\beta}$$

بر اساس فرمول، حجم نمونه برای هر گروه ۸ عدد به دست آمد. این مطالعه در تابستان ۹۹ در محل دانشکده دندانپزشکی زنجان انجام شد که از نوع تجربی (آزمایشگاهی) می‌باشد و در آن ۳۲ عدد نمونه در ۴ گروه ۸ تایی از رزین‌های آکریلی گرماپخت پلی متیل متاکریلات جهت مطالعه تهیه شد (۱۹). ابتدا آکريل‌های دارای ذرات نانو با متوسط سایز ۳۰ نانومتر و با درصد‌های متفاوت از ذرات نانو  $SiO_2$  (Purity:99/9%, APS:30 nm, SSA>150 m<sup>2</sup>/gr, Neutrino com) تهیه شدند. بدین منظور نمونه‌ها در ۴ گروه (هر گروه شامل ۸ عدد نمونه) طبقه بندی شدند:



شکل ۳- مراحل مفل گذاری. قرار دادن الگو روی نیمه پایینی مفل (A) قرار دادن مفل زیر فشار (B) و آغشته کردن آن به بیوفیلم (C)

جهت آکریل گذاری مونومر به پودر آکریل (Meliodent Heat Cure, Color: 27 Vein Plus, ISO1567, Type1, Class1, Iran, Kalen TEB CO) سازنده ( ۳۵ گرم پودر به ۱۴ میلی لیتر محلول مونومر) اضافه شد (شکل ۴- A و B). و مفل سه بار تحت فشار ۹۰ MPa در دستگاه پرس (Pak Kens, Iran) قرار گرفت. اضافات آکریل بین هر مرحله حذف گردید (شکل ۴- C).



در مرحله بعد، ماتریکسی با ابعاد  $۶۷ \times ۱۲ \times ۲/۶$  میلی متر از بیس تفلون تهیه گردید. سپس وکس آپهایی مومی برای نمونه‌ها با استفاده از ماتریکس فوق ساخته شدند (۱۶) (شکل ۲).



شکل ۲- تهیه وکس آپ مومی از بیس تفلون با ابعاد  $۶۷ \times ۱۲ \times ۲/۶$  میلی متر

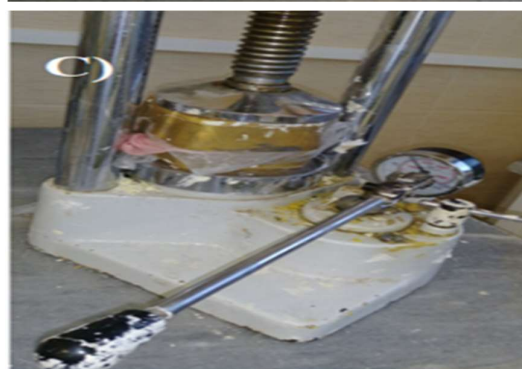
سپس، الگوهای مومی در مفل‌های برنجی با استفاده از گچ gypsum type III (Polidental Ind , Iran) مفل گذاری شدند. در مرحله بعدی الگوهای تهیه شده روی نیمه پایینی مفل فیکس شدند و سپس تمام سطوح به وازلین به عنوان جدا کننده آغشته شد (شکل ۳- A). نیمه بالایی مفل با گچ پر و بسته شد و تحت پرس قرار گرفت (شکل ۳- B). سپس مراحل حذف موم به کمک آب جوش و مایع ظرف شویی و برس، انجام شد. در مرحله بعد، مفل گچی به یک لایه جدا کننده بیوفیلم (Separator) (Cel - Lak, SS White Art. Iran) آغشته شد (شکل ۳- C).







شکل ۵- استفاده از تریمر (A) و هندپیس (B) برای فینیش نمونه‌ها



شکل ۴- ریختن (A) و بهن کردن (B) محلول آکریل روی مفل و قرار دادن آن زیر فشار (C)



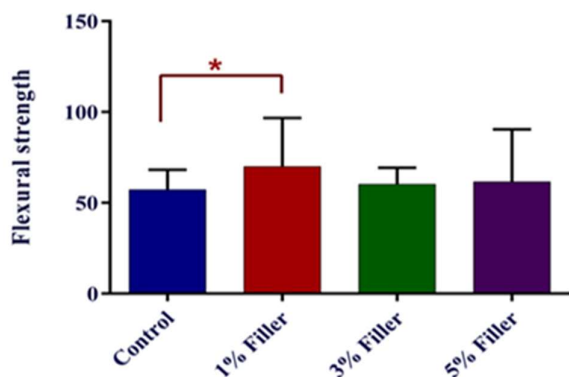
سپس جهت پخت در آب از دمای اتاق تا دمای ۷۴ درجه سانتی گراد برای مدت ۹۰ دقیقه نگه داشته شد و سپس دما به ۱۰۰ درجه سانتی گراد افزایش پیدا کرد تا نمونه‌ها به مدت ۳۰ دقیقه در آن بمانند و کیور شوند. در مرحله بعدی، بعد از رسیدن به دمای محیط مفل‌ها خارج شدند (۲۳). سپس، مراحل دفلاکس انجام شد. جهت فینیش نمونه‌ها، ابتدا لبه‌های اضافی توسط تریمر (Dandiran, Iran) گرفته شد (شکل ۵- A). جهت رسیدن به ابعاد نهایی نمونه‌ها، اضافات توسط فرز آکریل بر و هندپیس برداشته شد (شکل ۵- B).

سپس از ورقه سنباده به ترتیب در ابعاد ۱۸۰، ۳۲۰ و ۶۰۰ (از سایلن پایین به بالا) استفاده شد (شکل ۶- A). در مرحله آخر با خمیر پامیس پالیش نهایی صورت گرفت (شکل ۶- B). در نهایت، ابعاد نمونه‌ها با کولیس دیجیتال چک شد و از رسیدن به ابعاد نهایی که طبق استاندارد ISO ۱۹۹۹-۱۵۶۷  $2/5 \times 10 \times 65$  میلی متر می‌باشد، اطمینان حاصل شد (شکل ۶- C) (۲۴).

میانگین‌های گروه‌های مورد مطالعه انجام شد و در نهایت داده‌ها از طریق آزمون تعقیبی Tukey (posttest) در جهت مقایسه دو به دو همه گروه‌ها و در سطح معنی‌داری ۰/۰۵ تحلیل شد.

### یافته‌ها

استحکام خمشی برای هر نمونه طبق فرمول مذکور محاسبه گردید. میانگین، انحراف معیار و خطای استاندارد از میانگین داده‌ها برای هر گروه در جدول ۱ نشان داده شده است. در مرحله بعد، نرمال بودن داده‌ها با استفاده از نرم افزار SPSS مورد بررسی قرار گرفت. نتایج آزمون کلموگراف-اسمیرنوف نشان داد داده‌ها در هر گروه از توزیع نرمال پیروی می‌کنند (P=۰/۲۰۰). لذا برای مقایسه میانگین‌های گروه‌های مطالعه از آنالیز واریانس یک طرفه ANOVA استفاده شد (جدول ۲). سپس به منظور بررسی دو به دو گروه‌ها از آزمون تعقیبی Tukey استفاده گردید. نتایج مربوط به این آزمون در جدول ۳ آورده شده است. همانطور که در این جدول نشان داده شده، تفاوت معنی‌داری بین فیلر ۱٪ و کنترل وجود دارد (P=۰/۲۰۱). با این حال، تفاوت معنی‌داری بین گروه فیلرهای ۳ و ۵ درصد با گروه کنترل و یا با یکدیگر مشاهده نشد. به این صورت که مقدار P-value بین گروه کنترل و گروه فیلر ۳٪ برابر ۰/۸۹۲ و همچنین این مقدار بین گروه کنترل و گروه فیلر ۵٪ برابر با ۰/۹۷۵ محاسبه شد. در نتیجه در گروه فیلر ۱٪، میزان استحکام باند خمشی به طور معنی‌داری نسبت به گروه کنترل افزایش می‌یابد. با این حال تفاوت معنی‌داری بین دیگر گروه‌های مطالعه وجود نداشت. نمودار ۱ میانگین گروه‌ها و مقایسه آن‌ها با یکدیگر را نشان می‌دهد.



نمودار ۱- مقایسه استحکام باند خمشی در گروه‌های مطالعه



شکل ۶- پالایش کردن نمونه‌ها با سمباده و خمیر پامیس

در نهایت نمونه‌ها برای مدت ۱ هفته در آب ۳۷ درجه سانتی گراد در دستگاه اوون (Oven, Mement, Germany) جهت آزاد شدن مونومرهای باقی مانده‌اش نگهداری شدند (۲۴). اندازه گیری استحکام خمشی نمونه‌ها بر اساس استاندارد بین المللی ISO/DIS 1567 صورت گرفت. برای اندازه گیری استحکام خمشی از دستگاه Universal Testing Machine (Servo Electromechanical operation fully compromised) (150 KN, SANTAM) استفاده شد. فاصله بین دو پایه فیکسچر ۵۰ میلی متر بود و میله فشار آورنده درست وسط نمونه و در فاصله مساوی از هر دو پایه بر نمونه فشار وارد می‌کند. سرعت حرکت رو به پایین میله مرکزی (Crosshead speed) ۱ میلی متر در دقیقه بود. اعمال نیرو تا لحظه شکست نمونه‌ها ادامه پیدا می‌کرد. حداکثر نیرویی که منجر به شکستگی نمونه‌ها شد، ثبت گردید. در نهایت با استفاده از فرمول زیر استحکام خمشی محاسبه شد:

$$S = \frac{L \times F \times 3}{H^2 \times b \times 2}$$

که در این فرمول S استحکام خمشی، F حداکثر نیروی وارده، L فاصله بین دو نقطه اتکا، b عرض نمونه و h ضخامت نمونه می‌باشد (۱۷). نرمال بودن داده‌های حاصل توسط نرم افزار SPSS24 تحلیل شد و سپس مقدار P-value از طریق آزمون کلموگراف اسمیرنوف برای هر گروه به صورت جداگانه محاسبه شد. در مرحله بعدی توسط سیستم آنالیز واریانس یک طرفه (ANOVA) مقایسه‌ای بین

جدول ۱- میانگین و انحراف معیار استحکام باند خمشی در گروه‌های مطالعه

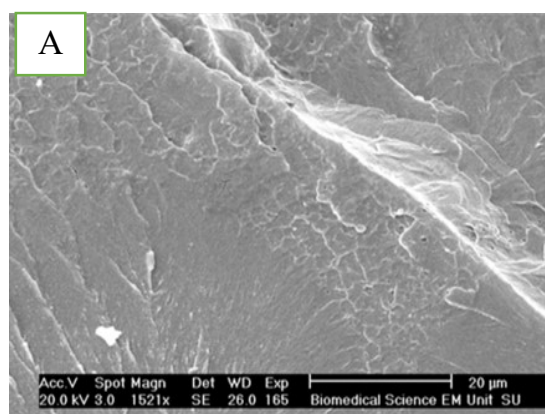
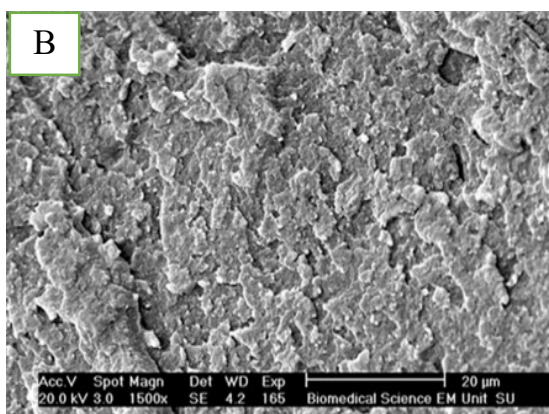
| معنی داری | اختلاف میانگین | گروه (۲) | گروه (۱) |
|-----------|----------------|----------|----------|
| ۰/۰۲۱     | - ۱۲/۷۴        | فیلمر ۱٪ | کنترل    |
| ۰/۸۹۲     | - ۲/۹۱         | فیلمر ۳٪ |          |
| ۰/۹۷۵     | - ۱/۷۲         | فیلمر ۵٪ |          |
| ۰/۰۲۱     | ۱۲/۷۴          | کنترل    | فیلمر ۱٪ |
| ۰/۱۰۱     | ۹/۸۲           | فیلمر ۳٪ |          |
| ۰/۰۵۵     | ۱۱/۰۱          | فیلمر ۵٪ |          |
| ۰/۸۹۲     | ۲/۹۱           | کنترل    | فیلمر ۳٪ |
| ۰/۱۰۱     | - ۹/۸۲         | فیلمر ۱٪ |          |
| ۰/۹۹۱     | ۱/۱۹           | فیلمر ۵٪ |          |

جدول ۲- نتایج آزمون آنالیز واریانس یک طرفه

| خطای استاندارد | انحراف معیار | میانگین | گروه     |
|----------------|--------------|---------|----------|
| ۲/۹۳           | ۸/۳۰         | ۵۷/۲۴   | کنترل    |
| ۲/۵۶           | ۷/۲۶         | ۶۹/۹۸   | فیلمر ۱٪ |
| ۳/۲۴           | ۹/۱۸         | ۶۰/۱۶   | فیلمر ۳٪ |
| ۱/۶۴           | ۹/۲۸         | ۶۱/۵۹   | فیلمر ۵٪ |

جدول ۳- مقایسه دو به دو گروه‌ها با آزمون Tukey

| P-value | میانگین مربعات | درجه آزادی | مجموع مربعات |            |
|---------|----------------|------------|--------------|------------|
| ۰/۰۱۹   | ۲۶۲/۱۷۶        | ۳          | ۷۸۶/۵۲۹      | بین گروهی  |
|         | ۶۷/۳۵۸         | ۲۸         | ۱۸۸۶/۰۱۲     | درون گروهی |
|         |                | ۳۱         | ۲۶۷۲/۵۴۰     | مجموع      |



شکل ۷- تصاویر SEM از سطوح دچار شکست شده رزین آکریلی. سطوح صاف رزین (A) و رزین حاوی سیلیکا ۳٪ (B)



در جهت مطالعه بهتر و بیشتر الگو و خصوصیات سطحی سطوح دچار شکست شده، از Scanning Electron Microscope (SEM) استفاده شد. در تصاویر SEM سطوحی از ترکیبات رزینی که دارای شکست‌های ناهموارتر و ناصاف تری بودند، انرژی جذبی بالاتری نسبت به سطوح صاف دارای شکست از خود نشان دادند. همچنین توزیع ذرات در این نواحی به صورت غیر یکنواخت بود ( شکل ۷- A, B).

## بحث و نتیجه گیری

در مطالعه حاضر از نانو ذرات سیلیکا برای تقویت استحکام خمشی آکريل استفاده شد. برخی از مطالعات از نانو ذرات سیلیکا با درصدهای مختلف برای افزایش خصوصیات مکانیکی آکريل استفاده نموده‌اند (۹، ۱۷، ۱۹، ۲۵، ۲۶). مزیت استفاده از نانو ذرات سیلیکا و دیگر نانو ذرات نسبت به روش‌های قدیمی‌تر نظیر استفاده از فایبرهای یک طرفه (Unidirectional fibers) و همچنین سیم‌های فلزی (Metal wires) و نیاز کمتر به مراحل آزمایشگاهی برای تقویت پلیمر می‌باشد (۲۷، ۲۸). از طرفی نشان داده شده است که استفاده از نانو ذرات سیلیکا جهت تقویت خصوصیات مکانیکی پلیمر آکريل نسبت به دیگر نانو ذرات نظیر  $Al_2O_3$  و  $TiO_2$  هزینه بسیار کمتری دارد (۱۷، ۲۹). لذا، در صورتی که  $SiO_2$  بتواند باعث بهبود استحکام خمشی و همچنین سایر خصوصیات مکانیکی آکريل گردد، استفاده از آن ارجحیت دارد.

نتایج مطالعه حاضر نشان داد که افزودن  $SiO_2$  ۱٪ به عنوان نانو فیبر به طور معنی‌داری باعث افزایش استحکام خمشی آکريل گرمپخت می‌شود. همسو با مطالعه ما، Da Silva و همکاران (۱۶) نیز نشان دادند افزودن  $SiO_2$  ۱٪ به طور معنی‌داری استحکام خمشی نمونه‌ها را افزایش می‌دهد.

افزایش استحکام خمشی در نمونه‌ها به دنبال اضافه کردن نانو ذرات سیلیکا می‌تواند به دلیل پیوندهای ایجاد شده بین نانو ذرات و پلیمر باشد. نانو ذرات با اندازه کمتر از ۱۰۰ نانومتر قادر به قرارگیری در بین پلیمر خطی آکريل بود و باعث شکل‌گیری پیوند بین نانو ذره و پلیمر نظیر پیوند دی متیل دی کلروسیالیان (Dimethyldichlorosilane) می‌شوند. این گونه پیوندها مقاومت بیشتری نسبت به پیوندهای موجود در ساختار پلیمر آکريل خالص در مقابل شکستگی و خم شدن دارند (۳۰) و مانع از انتشار و گسترش شکاف‌های ریز در ساختار کامپوزیت می‌شوند

که به دلیل ممانعت حرکت قطعات (Segmental motion) مختلف موجود در پلیمر خطی توسط پیوند بین نانو ذره و پلیمر است (۳۱). از طرفی، نانو ذرات سیلیکا دارای الاستیک مدول بالاتری نسبت به PMMA است. در نتیجه افزودن آن به ساختار PMMA باعث افزایش الاستیک مدول می‌شود. با افزایش الاستیک مدول، مدول خمشی نیز افزایش می‌یابد. در نتیجه، استحکام نمونه نسبت به خم شدن و در نتیجه شکست افزایش پیدا می‌کند (۳۰، ۳۲).

نتایج مطالعه حاضر نشان داد نانو فیبر ۳ و ۵ درصد تأثیری بر روی استحکام خمشی نمونه‌های آکريل گرمپخت ندارد. همسو با مطالعه ما، Da Silva و همکاران (۱۶) نشان دادند بر خلاف  $SiO_2$  ۱٪، افزودن  $SiO_2$  ۵٪، استحکام خمشی نمونه‌های آکريل را کاهش می‌دهد. مطالعه Jiangkongkho و همکاران (۳۳) نشان داد که بیشترین میزان تقویت استحکام خمشی و مقاومت در برابر شکست در نمونه‌ها در گروه  $SiO_2$  ۱٪ وجود دارد. Akkuş و همکاران (۱۷) نیز نشان دادند  $SiO_2$  ۳٪ باعث کاهش استحکام خمشی نمونه‌های آکريل می‌شود. مطالعه Fatihallah (۳۴) نیز نشان داد  $SiO_2$  ۵٪ تأثیری بر روی استحکام خمشی نمونه‌های آکريل گرمپخت ندارد.

افزایش غلظت نانو ذرات ممکن است باعث شده که پلیمر ترکیب یکنواختی نداشته باشد و تجمع نانو ذرات در نقاط مختلف رزین مشاهده شود. این تجمع باعث ایجاد استرس در ساختار پلیمر می‌شود به گونه‌ای که از ایجاد پیوندهای عادی بین زیر واحدهای مونومر آکريل ممانعت کرده و از طرفی به غلظت زیاد، پیوندهای بین نانو ذره و مونومر نیز به خوبی صورت نمی‌گیرد. در نتیجه، تغییری در استحکام خمشی نمونه مشاهده نمی‌شود. در صورت استفاده از مقادیر بالاتر نیز ممکن است پلیمر نسبت به ایجاد شکاف و انتشار آن حساس‌تر شود و در غلظت‌های بالا، نانو ذرات باعث کاهش استحکام خمشی نیز شوند (۱۷، ۳۵). با این حال، مطالعه Salman و همکاران (۳۱) نشان داد  $SiO_2$  ۳، ۵ و ۷ درصد باعث افزایش استحکام خمشی نمونه‌های آکريل می‌شود. مطالعه Alamel و Mudhaffer (۱۹) نیز نشان داد  $SiO_2$  با درصدهای ۳ و ۵ درصد (و نه ۷٪) باعث افزایش استحکام خمشی نمونه‌های آکريل گرمپخت می‌شود. هم چنین مطالعه Fatalla و همکاران (۳۶) نشان داد که تنها در گروه وزنی ۵٪ از ذرات  $SiO_2$  و  $ZrO_2$  افزایش محسوس و معنی‌داری در خصوصیات مکانیکال نمونه‌ها بدون هیچ گونه تغییری در

سختی سطحی مشاهده شد.

جوش از انرژی ماکروویو (Microwave energy) استفاده گردد، اثرات مربوط به آب نیز کاهش می‌یابد (۱۶).

همچنین، نشان داده شده است که اندازه نانو ذرات نیز نقش مهمی در الگوی تغییرات ایجاد شده بر روی استحکام خمشی (و دیگر خصوصیات مکانیکی) پلیمر دارند. نانو ذرات با اندازه کوچک‌تر، قدرت حل شدن بهتری داشته و در نتیجه توزیع بهتر در محلول، به خوبی در ساختار خطی پلیمر قرار می‌گیرند و باعث افزایش خصوصیات مکانیکی پلیمر می‌شوند (۳۰). نشان داده شده ذرات با اندازه کوچک‌تر از ۱۰۰ نانومتر نسبت به ذرات بزرگ‌تر قدرت بالاتری در افزایش خصوصیات مکانیکی پلیمر دارند (۳۹). نتایج مطالعه حاضر نشان داد استفاده از نانو فیلر  $\text{SiO}_2$  می‌تواند باعث بهبود خصوصیات فیزیکی رزین آکریلی پلی متیل متاکریلات گرمابخت شود. نانو فیلر با درصد کم (۱٪) استحکام خمشی سه نقطه‌ای را در نمونه‌های آکریل افزایش داد. با این حال، نانو فیلر  $\text{SiO}_2$  با درصدهای بالاتر (۳٪ و ۵٪) تأثیری بر روی استحکام خمشی نمونه‌ها نداشت.

### تشکر و قدردانی

این مقاله از پایان نامه دکترای حرفه‌ای دندانپزشکی عمومی مصوب و دفاع شده در شهریور ماه ۱۳۹۹ در دانشکده دندانپزشکی زنجان به شماره ۱۵۷ و با کد A-11-1397-2 استخراج شده است. نویسندگان بر خود لازم می‌دانند مراتب تشکر صمیمانه خود را از معاونت و مسئولان پژوهشی دانشکده دندانپزشکی زنجان و هیئت داوران پایان نامه که ما را در انجام و بهبود کیفی این پژوهش یاری دادند، اعلام نمایند.

در مطالعه ما از مگنت استیرر برای حل کردن نانو ذرات در محلول مونومر آکریل استفاده شد و  $\text{SiO}_2$  ۱٪ به خوبی در محلول مونومری حل شد. با این حال، نانو ذرات با درصدهای ۳ و ۵ درصد به خوبی در محلول مونومر حل نشدند. لذا از سونیکاتور نیز برای حل کردن نانو ذرات در محلول استفاده شد. در مطالعه Nejatian و همکاران (۲۱) نیز نشان داده شد که درصدهای بالاتر نانو ذرات با استفاده از مگنت استیرر به خوبی در محلول مونومری آکریل حل نمی‌شوند. آن‌ها نیز از سونیکاتور برای حل کردن نانو ذرات استفاده کردند. از آنجایی که حل نشدن نامناسب نانو ذره در محلول باعث تجمع نانو ذرات می‌شود که اثرات نامطلوبی بر روی خصوصیات مکانیکی آکریل دارد، لذا در صورتی که بتوان به روش‌های مختلف نظیر استفاده از سورفاکتانت‌ها و حرارت به خوبی نانو ذرات را در محلول حل نمود، ممکن است درصدهای بالاتر  $\text{SiO}_2$  نیز بتواند به خوبی باعث تقویت خمشی و دیگر خصوصیات مکانیکی آکریل گردد (۳۰).

از طرفی در مطالعه ما که نمونه‌ها در آب قرار داده شده و با استفاده از حرارت کیور شدند، نشان داده شده که استفاده از آب و حرارت با آب جوش باعث کاهش استحکام خمشی نمونه‌های آکریلی می‌گردد. آب مورد استفاده در این مرحله قادر به شکستن پیوند ایجاد شده بین نانو ذرات سیلیکا و آکریل است. به علاوه، آب می‌تواند باعث شود که پلیمر خصوصیات پلاستیکی به خود گرفته که در نتیجه پیوند بین آب و ساختار پلیمر ایجاد می‌شود که در نتیجه آن، استحکام خمشی نمونه‌ها کاهش می‌یابد (۳۷،۳۸). لذا در صورتی که به جای آب و حرارت آب

### منابع:

- Lee SC, Wu CT, Lee ST, Chen PJ. Cranioplasty using polymethyl methacrylate prostheses. *J Clin Neurosci*. 2009;16(1):56-63.
- Ali U, Karim KJBA, Buang NA. A review of the properties and applications of poly (methyl methacrylate) (PMMA). *Polym Rev (Phila Pa)*. 2015;55(4):678-705.
- Pawar E. A review article on acrylic PMMA. *IOSR J Mech Civ Eng*. 2016;13(2):1-4.
- Vallittu PK. A review of methods used to reinforce polymethyl methacrylate resin. *J Prosthodont*. 1995;4(3):183-7.
- Sharma A, Shashidhara H. A review: Flexible removable partial dentures. *J Dent Med Sci*. 2014;13(12):58-62.
- Balos S, Balos T, Sidjanin L, Markovic D, Pilic B, Pavlicevic J. Study of PMMA biopolymer properties treated by microwave energy. *Materiale plastice*. 2011;48(2):127-31.
- Atai M, Pahlavan A, Moin N. Nano-porous thermally sintered nano silica as novel fillers for dental composites. *Dent Mater*. 2012;28(2):133-45.
- Robinson J, McCabe J. Impact strength of acrylic resin denture base materials with surface defects. *Dent Mater*. 1993;9(6):355-60.
- Avila-Herrera CA, Gómez-Guzmán O, Almaral-Sánchez JL, Yáñez-Limón JM, Muñoz-Saldana J, Ramírez-Bon R. Mechanical and thermal properties of  $\text{SiO}_2$ -PMMA monoliths. *J non-crystalline solids*. 2006;352(32-35):3561-6.
- Matsukawa S, Hayakawa T, Nemoto K. Development of high-toughness resin for dental applications. *Dent Mater*. 1994;10(6):343-6.
- Lazzara G, Milioto S. Dispersions of nanosilica in biocompatible copolymers. *Polym Degrad and Stab*.

- 2010;95(4):610-7.
- 12- Zhu A, Cai A, Zhou W, Shi Z. Effect of flexibility of grafted polymer on the morphology and property of nanosilica/PVC composites. *Appl Surf Sci.* 2008;254(13):3745-52.
- 13- Sun L, Gibson RF, Gordaninejad F, Suhr J. Energy absorption capability of nanocomposites: a review. *Compos Sci Technol.* 2009;69(14):2392-409.
- 14- Chrissopoulou K, Anastasiadis S. Polyolefin/layered silicate nanocomposites with functional compatibilizers. *Eur Polym J.* 2011;47(4):600-13.
- 15- Wu CJ, Gaharwar AK, Schexnaider PJ, Schmidt G. Development of biomedical polymer-silicate nanocomposites: a materials science perspective. *Materials.* 2010;3(5):2986-3005.
- 16- Da Silva LH, Feitosa SA, Valera MC, De Araujo MA, Tango RN. Effect of the addition of silanated silica on the mechanical properties of microwave heat-cured acrylic resin. *Gerodontology.* 2012;29(2):e1019-e23.
- 17- Akkuş B, Ozturk AN, Yazman Ş, Akdemir A. Effects of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and SiO<sub>2</sub> nanoparticles on flexural strength of heat cured acrylic resin. *Int J Enhanc Res Sci Technol Eng.* 2015;4(6):158-63.
- 18- Yang F, Nelson GL. PMMA/silica nanocomposite studies: synthesis and properties. *J Appl Polym Sci.* 2004;91(6):3844-50.
- 19- Alnamel HA, Mudhaffer M. The effect of Silicon di oxide Nano-Fillers reinforcement on some properties of heat cure poly methyl methacrylate denture base material. *J Baghdad College Dent.* 2014;325(2212):1-5.
- 20- Zidan S, Silikas N, Alhotan A, Haider J, Yates J. Investigating the Mechanical properties of ZrO<sub>2</sub> – Impregnated PMMA Nano composite for Denture- Based Application. *Materials.* 2019;12(8):1344.
- 21- Nejatian T, Nathwani N, Taylor L, Sefat F. Denture Base Composites: Effect of Surface Modified Nano-and Micro-Particulates on Mechanical Properties of Polymethyl Methacrylate. *Materials.* 2020;13(2):307.
- 22- Mohammad M, Groza JR. In: Suryanarayana C (ed). *Non-Equilibrium Processing of Materials.* Elsevier Science, Oxford, UK, 1999. 347.
- 23- Craig RG, Powers JM, John CW. *Dental material properties and manipulation.* 8th ed. 2004, p.270-280.
- 24- American dental association specification No. 57, 12for denture base polymers. Chicago. Council on: *Dental Materials and Devices.* ANSI/ADA, 1999.
- 25- Wang X, Wang L, Su Q, Zheng J. Use of unmodified SiO<sub>2</sub> as nanofiller to improve mechanical properties of polymer-based nanocomposites. *Compos Sci Technol.* 2013;89:52-60.
- 26- Ahmad T, Ahmad R, Kamran M, Wahjoedi B, Shakoor I, Hussain F, et al. Effect of Thal silica sand nanoparticles and glass fiber reinforcements on epoxy-based hybrid composite. *Iranian Polymer J.* 2015;24(1):21-7.
- 27- Larson WR, Dixon DL, Aquilino SA, Clancy JM. The effect of carbon graphite fiber reinforcement on the strength of provisional crown and fixed partial denture resins. *J Prosthet Dent.* 1991;66(6):816-20.
- 28- Vallittu PK. Comparison of the in vitro fatigue resistance of an acrylic resin removable partial denture reinforced with continuous glass fibers or metal wires. *J Prosthodont.* 1996;5(2):115-21.
- 29- Rashahmadi S, Hasanzadeh R, Mosalman S. Improving the mechanical properties of poly methyl methacrylate nanocomposites for dentistry applications reinforced with different nanoparticles. *Polym Plast Technol and Eng.* 2017;56(16):1730-40.
- 30- Oleiwi JK, Kushnaw FMO. A Study of Mechanical Properties of Polymethyl Methacrylate Polymer Reinforced by Silica Particles (SiO<sub>2</sub>). *Eng and Technol J.* 2013;31(15) Part (A):2925-41.
- 31- Salman AD, Jani GH, Fatalla AA. Comparative Study of the Effect of Incorporating SiO<sub>2</sub> Nano-Particles on Properties of Poly Methyl Methacrylate Denture Bases. *Biomed Pharmacol J.* 2017;10(3):1525-35.
- 32- Gent AN. *Engineering with rubber: how to design rubber components:* Carl Hanser Verlag GmbH Co KG; 2012.
- 33- Jiangkongkho P, Mansung A, Hidekazu T. The synthesis, modification and application of nanosilica in polymethyl methacrylate denture base. *Dent Mater J.* 2018;10-4012.
- 34- Fatihallah AA. Comparison of Some Mechanical Properties of Silanated SiO<sub>2</sub> and Polyester Fiber Composite Incorporation into Heat Cured Acrylic Resin. *Iraqi Dent J.* 2015;37(3):90-6.
- 35- Safarabadi M, Khansari N, Rezaei A. An experimental investigation of HA/AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles on mechanical properties of restoration materials. *Engineering Solid Mechanics.* 2014;2(3):173-82.
- 36- Fatalla A, Tukmachi M, Jani G. Assessment of some mechanical properties of PMMA/silica/zirconia nanocomposite as a denture base material. *Mater Sci Eng.* 2020;13,25-80.
- 37- Vallittu PK, Ruyter I, Ekstrand K. Effect of water storage on the flexural properties of E-glass and silica fiber acrylic resin composite. *Int J Prosthodont.* 1998;11(4):340-50.
- 38- Ruyter I, Ekstrand K, Björk N. Development of carbon/graphite fiber reinforced poly (methyl methacrylate) suitable for implant-fixed dental bridges. *Dent Mater.* 1986;2(1):6-9.
- 39- RW P. *Phillips' science of dental materials.* St Louis: Elsevier Science; 2003.