

# Fracture Toughness سطح اتصال رزین کامپوزیتی و سرامیک

دکتر تبسم هوشمند\*<sup>†</sup> - دکتر علیرضا کشواد\*\* - دکتر کیوان محرمزاده\*\*\*

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

\*\*استادیار گروه آموزشی پروتزهای دندانانی دانشکده دندانپزشکی دانشگاه شاهد

\*\*\*دندانپزشک

**Title:** Fracture toughness of a resin composite-ceramic interface

**Authors:** Hooshmand T. Assistant Professor\*, Keshvad A. Assistant Professor \*\*, Moharamzadeh K. Dentist\*\*\*

**Address:** \* Department of Dental Materials, Faculty of Dentistry, Tehran University of Medical Sciences

\*\* Department of Prosthodontics, Faculty of Dentistry, Shahed University

**Statement of Problem:** In a previous study it was reported that a durable resin-ceramic tensile bond could be obtained by an appropriate silane application without the need for HF acid etching the ceramic surface. Evaluation of the appropriate application of silane by other test methods seems to be necessary.

**Purpose:** The purpose of this study was to compare the interfacial fracture toughness of smooth and roughened ceramic surfaces bonded with a luting resin.

**Materials and Methods:** Ceramic discs of 10 mm in diameter and 2 mm in thickness were prepared. Four different surface preparations (n=10) were carried out consisting of (1) ceramic surface polished to a 1µm finish, (2) gritblasted with 50µm alumina, (3) etched with 10% HF for 2 min, and (4) gritblasted and etched. The ceramic discs were then embedded in PMMA resin. For the adhesive area, the discs were masked with Teflon tapes. A circular hole with diameter of 3 mm and chevron-shaped with a 90° angle was punched into a piece of Teflon tape. The exposed ceramic surfaces were treated by an optimised silane treatment followed by an unfilled resin and then a luting resin cylinder of 4mm in diameter and 11 mm in length was built. Specimens were stored in two different storage conditions: (A): Distilled water at 37°C for 24 hours and (B): Distilled water at 37°C for 30 days. The interfacial fracture toughness (GIC) was measured at a cross-head speed of 1 mm/min. The mode of failure was examined under a stereo-zoom microscope and fracture surfaces were examined under Scanning Electron Microscope.

**Results:** The mean interfacial fracture toughness values were; Group A: 1) 317.1±114.8, 2) 304.5±109.2, 3) 364.5±169.8, and 4) 379.4±127.8 J/m<sup>2</sup>±SD. Group B: 1) 255.6±134.4, 2) 648.0±185.1, 3) 629.3±182.6 and 4) 639.9 ±489.0 J/m<sup>2</sup>±SD. One way Analysis of Variance showed that there was no statistically significant difference in the mean interfacial fracture toughness for groups A1-A4 (P>0.05). However, the mean interfacial fracture toughness for group B1 was significantly different from that for groups B2, B3 and B4 (P<0.05). Independent-Samples T-Test results showed that there was a significant increase in the G<sub>IC</sub> mean value for groups B2 and B3 after 30 days water storage (P<0.05). The modes of failure were predominantly interfacial or cohesive within the resin.

**Conclusions:** The fracture toughness test method used in this study would be appropriate for analysis of the adhesive zone of resin-ceramic systems. From the results, it can be concluded that micro-mechanical retention by gritblasting the ceramic surfaces could be sufficient with no need for HF acid etching the ceramic surfaces when an appropriate silane application procedure is used.

**Key words:** Dental ceramics; Luting resin; Silane; Fracture toughness; Interface

<sup>†</sup> مؤلف مسؤول: دکتر تبسم هوشمند؛ آدرس: تهران - خیابان انقلاب اسلامی - دانشگاه علوم پزشکی تهران - دانشکده دندانپزشکی - گروه آموزشی مواد دندانانی تلفن: ۶۱۱۲۹۲۱  
دورنما: ۶۴۰۱۱۳۲

**چکیده**

**بیان مسأله:** با کاربرد صحیح سایلین (Silane) بدون نیاز به اچ کردن سطوح سرامیکی با اسید هیدروفلئوریک، اتصال (Bond) مطلوب کششی بین سرامیک و رزین حاصل می‌گردد. با توجه به اهمیت اتصال سرامیک به رزین کامپوزیتی در دندانپزشکی، امروزه بررسی بیشتر روش کاربردی صحیح سایلین با آزمونهای مناسب‌تر دیگر ضروری به نظر می‌رسد.

**هدف:** مطالعه حاضر با هدف مقایسه Interfacial Fracture Toughness سطوح سرامیکی صاف و خشن باندشده با روش صحیح کاربرد سایلین به یک رزین انجام شد.

**روش بررسی:** در این مطالعه تجربی، ۸۰ دیسک سرامیکی به قطر ۱۰ و ضخامت ۲ میلی‌متر تهیه گردید. به منظور Surface Treatment از چهار روش مختلف (۱) پالیش سطوح سرامیکی تا ۱ میکرون، (۲) Gritblast با ذرات آلومینای ۵۰ میکرون، (۳) اچینگ با اسید HF ۱۰٪ به مدت ۲ دقیقه و (۴) Gritblast و اچینگ استفاده شد. (در هر گروه ۲۰ نمونه مورد بررسی قرار گرفت). دیسک‌های سرامیکی داخل رزین PMMA قرار داده شدند و در ناحیه Adhesive، توسط نوار تفلون پوشانده شدند. یک سوراخ گرد به قطر ۳ میلی‌متر با زاویه ۹۰ درجه روی نوار تفلون پانچ شد. سطوح سرامیکی Expose مانده، توسط روش بهینه‌شده کاربرد سایلین، Treat شدند و بعد از کاربرد یک Unfilled Resin، رزین استوانه‌ای به قطر ۴ و طول ۱۱ میلی‌متر بر روی آن ساخته شد؛ سپس نمونه‌ها در دو محیط نگهداری مختلف (گروه A: آب مقطر ۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت و گروه B: آب مقطر ۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۳۰ روز) قرار گرفتند. Interfacial Fracture Toughness ( $G_{IC}$ ) با سرعت  $1^{mm}/min$  اندازه‌گیری شد. نحوه شکست با استفاده از استریومیروسکوپ و سطوح شکست با استفاده از میکروسکوپ الکترونی بررسی گردیدند. به منظور تحلیل داده‌ها از آنالیز واریانس یک‌طرفه و آزمون Independent-Samples t استفاده شد.

**یافته‌ها:** مقدار میانگین Interfacial Fracture Toughness به شرح زیر بود:

(۱) گروه A:  $379/4 \pm 127/8 \text{ J/m}^2 \pm SD$  (۴)  $364/5 \pm 169/8$  (۳)  $304/5 \pm 109/2$  (۲)  $317/1 \pm 114/8$

(۲) گروه B:  $639/9 \pm 489 \text{ J/m}^2 \pm SD$  (۴)  $629/3 \pm 182/6$  (۳)  $648 \pm 185/1$  (۲)  $255/6 \pm 134/4$

بین میانگین میزان  $G_{IC}$  گروه‌های  $A_1$  تا  $A_4$  اختلاف معنی‌داری وجود نداشت ( $P > 0/05$ ). اما میانگین میزان  $G_{IC}$  در گروه  $B_1$  به طور معنی‌داری با گروه‌های  $B_2$ ،  $B_3$  و  $B_4$  اختلاف داشت ( $P < 0/05$ ); همچنین افزایش قابل ملاحظه‌ای در میزان  $G_{IC}$  در گروه‌های اچ‌شده و Gritblast شده بعد از ۳۰ روز نگهداری در آب مقطر ۳۷ درجه سانتیگراد وجود داشت ( $P < 0/05$ ). نحوه شکست به‌طور غالب به صورت Interfacial و یا Cohesive در رزین بود.

**نتیجه‌گیری:** روش آزمون اندازه‌گیری Fracture Toughness مورد استفاده در این تحقیق می‌تواند برای ارزیابی ناحیه Adhesive در سیستم‌های سرامیک-رزین مناسب باشد و در صورت استفاده از روش مناسب کاربرد سایلین، گیر میکرومکانیکال با Gritblast نمودن سطوح سرامیکی بدون نیاز به اچ کردن سطوح سرامیکی با HF کافی است.

**کلید واژه‌ها:** سرامیک‌های دندان-رزین-سایلین-چغرمگی

مجله دندانپزشکی دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی، درمانی تهران (دوره ۱۷، شماره ۲، سال ۱۳۸۳)

**مقدمه**

می‌باشند. گروه‌های ارگانوفانکشنال (R) برای واکنش با

ماتریکس آلی انتخاب می‌شوند و گروه‌های قابل هیدرولیز R' واسطه‌هایی در تشکیل گروه‌های Silanol (Si-OH) برای Silane Coupling Agent ها با فرمول عمومی R-Si(OR')

ترکیبات ارگانوسیلیکون با عمل دوگانه

و

اتصال با سطوح معدنی می‌باشند.

Silane Coupling Agentها دارای خواص شیمیایی و فیزیکی ویژه‌ای می‌باشند که نه تنها باعث افزایش استحکام اتصال رزین به سرامیک می‌شوند بلکه از جدا شدن اتصال در Interface بین ماده آلی و معدنی جلوگیری می‌کنند. برقراری اتصالی پایدار و مطمئن بین سرامیک و رزین کامپوزیتی در دندانپزشکی، به علت استفاده وسیع در ترمیم‌های باندشونده با رزین و سیستم‌های ترمیم پرسن بسیار اهمیت دارد. اونله‌ها و اینله‌های سرامیکی، کراون‌ها، روکش‌های لامینیت توسط رزین کامپوزیتی چسبانده می‌شوند؛ همچنین روشها و مواد متعددی برای ترمیم ترمیم‌های سرامیکی شکسته‌شده معرفی شده‌اند. با ظهور سایلن‌ها، امکان حل مشکلات مربوط به ترمیم سرامیک شکسته شده فراهم گردید.

اتصال بین سرامیک و رزین کامپوزیتی معمولاً با دو مکانیسم ایجاد می‌شود:

اتصال شیمیایی توسط Silane Coupling Agentها و اتصال میکرومکانیکال توسط اچ کردن سطوح سرامیکی با اسید هیدروفلوئوریک و یا Gritblast کردن

اندازه‌گیری استحکام اتصال سرامیک به رزین کامپوزیتی در برخی مطالعات گزارش شده و نتیجه‌گیریهای متفاوتی در مورد تأثیر Surface Treatment حاصل گردیده است (۵-۱). آزمونهای برشی (Shear) و کششی (Tensile) از متداولترین روش آزمون اندازه‌گیری استحکام اتصال سرامیک و رزین کامپوزیت می‌باشند که نسبت به نحوه استفاده و قراردادن Adhesive، نمونه و نیز نوع طرح آزمون حساس هستند (۶).

اندازه‌گیری Fracture Toughness به عنوان آزمونی مهم و با ارزش در اندازه‌گیری مقاومت Interface بین دو ماده در برابر شکست مورد توجه قرار گرفته است. در مطالعات قبلی اتصال مطلوبتر کششی بین سرامیک و

رزین کامپوزیتی با بکارگیری یک روش بهینه کاربردی Silane Coupling Agent حاصل گردید و بر همین مبنا پیشنهاد گردید که دیگر اچینگ با اسید هیدروفلوئوریک که اسید خطرناکی است، مورد نیاز نمی‌باشد (۷).

به منظور ارزیابی صحیح‌تر و حصول اطمینان بیشتر از تأثیر روش کاربردی سایلن در تقویت اتصال بین سرامیک و رزین کامپوزیتی اندازه‌گیری Fracture Toughness این Interface ضروری به نظر می‌آید.

Fracture Toughness اتصال بین سرامیک و رزین کامپوزیتی تاکنون مورد ارزیابی وسیع قرار نگرفته است؛ تنها در مطالعه Della Bona و همکاران گزارش شد که با استفاده از این آزمون، شکست همیشه در محل موضعی نقص درون Adhesive Interface روی می‌دهد؛ به همین دلیل این آزمون را روش مناسبی برای اندازه‌گیری Fracture Toughness اتصال بین سرامیک و رزین کامپوزیتی معرفی کردند (۸،۹).

هدف از این تحقیق ارزیابی Fracture Toughness اتصال بین سرامیک و رزین کامپوزیتی از طریق مقایسه روشهای مختلف Surface Treatment سطوح سرامیکی از جمله روش به‌دست آمده کاربردی سایلن از مطالعات قبلی می‌باشد.

در این مطالعه Fracture Toughness اتصال بین سرامیک و رزین کامپوزیتی با استفاده از روش اصلاح‌شده‌ای برای محاسبه Critical Plane Strain Energy Release Rate ( $G_{IC}$ ) اندازه‌گیری شد (۱۰). این روش بسیار دقیقتر از آزمونهای معمول برشی و کششی می‌باشد و مقاومت Interface را در مقابل انتشار Crack اندازه‌گیری می‌کند.

فرض بر این بود که با اثبات نقش موثر سایلن در تقویت اتصال و امکان‌پذیر بودن کنارگذاری اسید هیدروفلوئوریک از

در هر گروه) تقسیم شدند: گروه‌های A، B، C و D. بر روی سطوح سرامیکی در هر یک از این گروه‌ها یک نوع Surface Treatment به شرح زیر انجام گردید:

گروه A: همان گروه Polished و پرداخت شده بود.

گروه B: سطوح سرامیکی با ذرات آلومینای Gritblast ۵۰ (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) میکرون شدند.

گروه C: سطوح دیسک‌های سرامیکی با محلول اسید هیدروفلوئوریک ۱۰٪ به مدت ۲ دقیقه اچ و سپس با آب مقطر شسته شدند.

گروه D: سطوح سرامیکی ابتدا با ذرات آلومینای ۵۰ میکرون Gritblast شدند و بعد با محلول اسید هیدروفلوئوریک ۱۰٪ به مدت ۲ دقیقه اچ و سپس با آب مقطر شسته شدند.

سپس نمونه‌های همه گروه‌ها در دستگاه اولتراسونیک به مدت ۱۵ دقیقه در استون شستشو داده شدند تا سطوح سرامیکی کاملاً تمیز و آماده باندینگ شوند. ناحیه باندینگ که به قطر ۳ میلی‌متر و شکل Chevron با زاویه ۹۰ درجه بود با استفاده از یک پانچ روی نوار تفلون ایجاد شد. سپس این نوار روی دیسک سرامیکی قرار گرفت و کاملاً روی دیسک برنیش شد تا از خارج شدن ماده Adhesive ممانعت گردد.

در مرحله بعد محلول سایلن<sup>۳</sup> که شامل ۲/۵٪ حجمی  $\gamma$ -MPTS + ۲/۵٪ حجمی اسید استیک + ۹۵٪ حجمی اتانول بود، تهیه گردید و به منظور انجام گرفتن هیدرولیز، ۲ ساعت پس از تهیه برای انجام Surface Treatment مورد استفاده قرار گرفت؛ سپس ناحیه باندینگ توسط محلول سایلن تهیه‌شده طی مراحل زیر، Treat شد (۷):

۱- اعمال سایلن با فرچه به مدت ۱ دقیقه و خشک کردن آن با هوای گرم به مدت ۱۵ ثانیه

۲- قرار دادن نمونه در آب جوش به مدت ۱۵ ثانیه و

این طریق، می‌توان تحولی در Adhesive Dentistry ایجاد نمود و تکنسین لابراتوار، دندانپزشک و بیمار را از خطرات این اسید دور نمود.

## روش بردسی

در این مطالعه تجربی، به منظور تهیه دیسک‌های سرامیکی ابتدا با استفاده از یک استوانه فلزی توپر، به قطر ۱۲ میلی‌متر و ماده قالبگیری<sup>۱</sup> Additional Silicon Regular Body، یک مولد ساخته شد؛ بدین ترتیب که استوانه فلزی توپر در داخل یک استوانه پلاستیکی توخالی قرار گرفت و ماده قالبگیری بین این دو تزیق گردید. بعد از سخت شدن ماده، استوانه فلزی به صورت پیستون داخل ماده قالبگیری قرار گرفت و با جابه‌جا کردن آن، یک مولد جهت تهیه دیسک سرامیکی ایجاد شد. برای ساختن دیسک سرامیکی ابتدا مقداری از پودر سرامیک<sup>۲</sup> Mirage, Body D<sub>4</sub> با آب مخلوط گردید و داخل مولد با استفاده از فرچه با آن آغشته شد؛ سپس بتدریج پودر سرامیک به آن اضافه و ویبره گردید. پس از پر شدن مولد، به استوانه فلزی از زیر فشار داده شد و در نتیجه دیسک سرامیکی پخته نشده که بسیار شکننده می‌باشد، بدون وارد آمدن فشار، از مولد خارج گردید. این دیسک‌های سرامیکی در کوره پخت پرسن Vita طبق دستورالعمل کارخانه سازنده پخته شدند و بدین ترتیب پس از انقباض در اثر پخت، دیسک‌های سرامیکی به قطر تقریبی ۱۰ و ضخامت ۲ میلی‌متر آماده شدند. سپس نمونه‌های سرامیکی داخل استوانه اکریلی قرار داده شدند تا امکان قرار گرفتن آنها در دستگاه برای انجام آزمایش فراهم شود.

سطوح دیسک‌های سرامیکی تهیه شده ابتدا توسط کاغذ سیلیکون-کارباید (SiC)، ۴۰۰ و ۶۰۰ grit و سپس توسط ذرات الماس ۶ و ۱ میکرون توسط دستگاه پالیش پرداخت شدند.

در مرحله بعد نمونه‌ها به چهار گروه اصلی (۲۰ نمونه

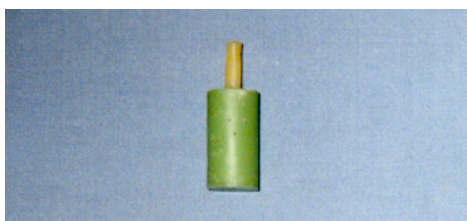
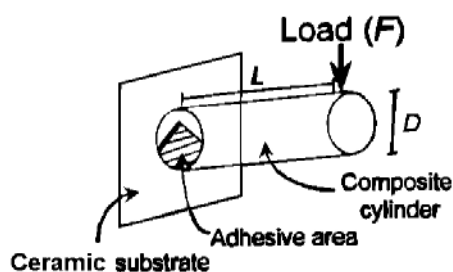
<sup>3</sup>  $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxysilane, Sigma Chemical Co. USA

<sup>1</sup> President, USA

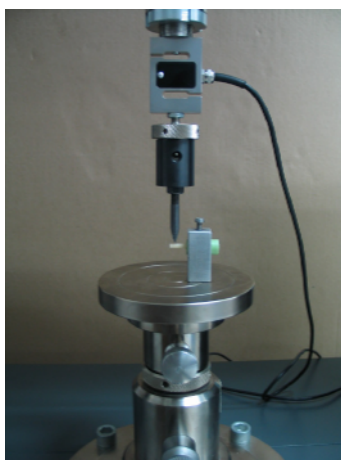
<sup>2</sup> Chameleon Dental- Product, USA

شد. سپس از هر نوع نحوه شکست (Mode of Failure) یک نمونه انتخاب شد تا با استفاده از میکروسکوپ الکترونی (SEM) بررسی شود. قبل از مطالعه SEM، سطوح شکست یافته با الکل اتیلیک تمیز و سپس با طلا پوشیده شدند (Auto Sputter Coater) و بدین ترتیب آماده مشاهده با SEM گردیدند.

داده‌های جمع‌آوری شده با استفاده از نرم‌افزار آماری SPSS به روش One-way ANOVA و آزمون Tukey-HSD Post Hoc تحلیل شدند و در هر یک از گروه‌های اصلی زیر گروه‌ها با استفاده از آزمون آماری Independent-Samples t مقایسه شدند.



تصویر ۱- نمونه سرامیکی و سیلندر کامپوزیتی باند شده



خشک کردن با هوای گرم به مدت ۳۰ ثانیه سپس با استفاده از فرچه، لایه نازکی از Unfilled Resin<sup>4</sup> روی ناحیه باندینگ قرار داده شد و توسط نور به مدت ۳۰ ثانیه سخت گردید؛ پس از آن یک لوله شیشه‌ای به قطر داخلی ۴ میلی‌متر روی ناحیه باندینگ قرار داده شد و عمل باندینگ با قرار دادن رزین کامپوزیتی Variolink II Dual<sup>5</sup> در ناحیه Adhesive و سخت کردن آن با نور انجام گرفت؛ سپس لایه‌لایه کامپوزیت با ضخامت تقریبی ۱-۱/۵ میلی‌متر در داخل تیوب اضافه و سخت شد تا به ارتفاع تقریبی ۱۱ میلی‌متر برسد.

تصویر ۱ نمونه سرامیکی و سیلندر کامپوزیتی باند شده به هم را نشان می‌دهد؛ سپس گروه‌های اصلی هر یک به دو زیر گروه (۱۰ نمونه) تقسیم شدند؛ در دو محیط نگهداری متفاوت در آب مقطر ۳۷ درجه سانتیگراد یکی به مدت ۲۴ ساعت و دیگری ۳۰ روز نگهداری شدند. نمونه‌ها با استفاده از دستگاه<sup>6</sup> Universal Testing Machine با سرعت یک میلی‌متر در دقیقه آزمایش شدند.

تصویر ۲ نحوه قرار گرفتن نمونه در دستگاه را به ترتیب نشان می‌دهد. نیروی وارده در نقطه شکست ثبت گردید و سپس با استفاده از فرمول محاسبه<sup>7</sup> Fracture Toughness مقادیر  $G_{Ic}$  برای هر نمونه محاسبه شد (۱۰).

سطوح شکست یافته نیز ابتدا با استریومیکروسکوپ مورد بررسی قرار گرفتند که نحوه شکست برای هر نمونه تعیین

<sup>4</sup> Heliobond, Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein

<sup>5</sup> Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein

<sup>6</sup> Zwick/Roell, Germany

<sup>7</sup> (Critical plane strain energy release rate)

$$G_{Ic} = \frac{104/5F^2L^3}{ED^6} \frac{J}{m^2}$$

**F:** نیرو در نقطه شکست (نیوتن)

**L:** فاصله از نقطه اعمال نیرو (میلی‌متر)

**E:** الاستیک مدولوس سیلندر کامپوزیتی (9.400 GPa)

**D:** قطر سیلندر کامپوزیتی (۴ میلی‌متر)

## تصویر ۲- آزمایش نمونه در دستگاه Universal Testing Machine

### یافته‌ها

خروج ماده Adhesive به اطراف به خوبی قابل مشاهده می‌باشد. نمونه‌هایی از شکست مشاهده شده به صورت Cohesive در رزین در گروه Gritblasted و Mixed Ceramic/Resin در گروه Polished به ترتیب در تصویرهای ۴ و ۵ نشان داده شده است.



تصویر ۳- شکست Mixed Interface/Resin نمونه  
(Mag. x20) Polished



تصویر ۴- شکست Cohesive Resin در نمونه  
(Mag. x20) Gritblasted



جدول ۱ میانگین مقادیر Fracture Toughness، انحراف معیار و خطای استاندارد برای چهار گروه مورد مطالعه در محیط نگهداری آب مقطر ۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت را نشان می‌دهد. هیچ‌گونه اختلاف معنی‌داری در مقادیر میانگین Fracture Toughness گروه‌های Polished، Gritblasted، Etched و Gritblasted & Etched در این محیط وجود نداشت ( $P > 0.05$ ).

جدول ۲ میانگین Fracture Toughness، انحراف معیار و خطای استاندارد برای چهار گروه مورد مطالعه در محیط نگهداری آب مقطر ۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۳۰ روز را نشان می‌دهد. میانگین Fracture Toughness در گروه Polish به طور قابل ملاحظه‌ای با گروه‌های دیگر اختلاف داشت ( $P < 0.05$ ).

برای مقایسه هر یک از گروه‌های اصلی Surface Treatment در دو محیط نگهداری (آب مقطر ۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت و ۳۰ روز) نیز از آزمون t استفاده شد (جدول ۳). همانطور که مشاهده می‌شود اختلاف معنی‌داری بین دو محیط نگهداری برای گروه‌های Polished و Gritblasted & Etched وجود ندارد ( $P > 0.05$ )؛ در حالی که اختلاف معنی‌داری بین دو محیط نگهداری برای گروه Gritblasted و گروه Etched مشاهده گردید ( $P < 0.05$ ).

بیشترین نحوه شکست در این آزمایش به صورت Mixed Interface/Resin و یا به صورت Cohesive در رزین کامپوزیتی مشاهده شد. تصویر ۳، نمونه‌ای از شکست مشاهده شده به صورت Mixed Interface/Resin در گروه Polished را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود Crack از Interface آغاز شده و در رزین ادامه یافته است و

تصویر ۵- شکست Mixed Ceramic/Resin  
در نمونه Polished؛ رأس: Ceramic، مرکز: Interface و  
حاشیه: Resin (Mag. x20)

جدول ۱- داده‌ها برای محیط نگهداری آب مقطر ۳۷ درجه به مدت ۲۴ ساعت

گروهها	تعداد	میانگین و انحراف معیار	خطای معیار	۹۵٪ ضریب اطمینان برای میانگین		حداقل	حداکثر
				Upper Bound	Lower Bound		
Polished	۱۰	۳۱۷/۰۹۳±۱۱۴/۸۱۰۱	۳۶/۳۰۶۱	۲۳۴/۹۶۲	۳۹۳/۲۲۳	۱۰۶/۸۹	۴۵۱/۱۴
Gritblasted	۱۰	۳۰۴/۵۵۰±۱۰۹/۲۲۷۶	۳۴/۵۴۰۸	۲۲۶/۴۱۳	۳۸۲/۶۸۶	۱۸۷/۳۲	۵۴۹/۱۷
Etched	۱۰	۳۶۴/۵۴۳±۱۶۹/۷۷۵۹	۵۳/۶۸۷۸	۲۴۳/۰۹۲	۴۸۵/۹۹۳	۱۶۰/۹۸	۶۰۵/۲۵
Gritblasted & Etched	۱۰	۳۷۹/۴۳۳±۱۲۷/۷۷۳۰	۴۰/۴۰۵۴	۲۸۸/۰۲۹	۴۷۰/۸۳۶	۱۳۶/۶۳	۵۷۵/۸۶
Total	۴۰	۳۴۱/۴۰۴±۱۳۱/۲۳۳۳	۲۰/۷۴۹۸	۲۹۹/۴۳۴	۳۸۲/۳۷۵	۱۰۶/۸۹	۶۰۵/۲۵

جدول ۲- داده‌ها برای محیط نگهداری آب مقطر ۳۷ درجه به مدت ۳۰ روز

گروهها	تعداد	میانگین و انحراف معیار	خطای معیار	۹۵٪ ضریب اطمینان برای میانگین		حداقل	حداکثر
				Upper Bound	Lower Bound		
Polished	۱۰	۲۵۵/۵۹۳±۱۳۴/۳۹۵۲	۴۲/۴۹۹۵	۱۵۹/۴۵۲	۳۵۱/۷۳۳	۱۰۰/۳۰	۵۰۲/۱۰
Gritblasted	۱۰	۶۴۸/۰۰۰±۱۸۵/۰۷۹۹	۵۸/۵۲۷۴	۵۱۵/۶۰۱	۷۸۰/۳۹۸	۴۲۱/۱۸	۱۰۰۴/۳۳
Etched	۱۰	۶۲۹/۲۸۸±۱۸۲/۵۵۹۷	۵۷/۷۳۰۴	۴۹۸/۶۹۲	۷۵۹/۸۸۳	۳۹۱/۱۳	۹۷۱/۶۲
Gritblasted & etched	۱۰	۶۳۹/۹۶۹±۴۸۹/۰۰۱۴	۱۵۴/۶۳۵۸	۲۹۰/۱۵۸	۹۸۹/۷۷۹	۱۶۹/۶۶	۱۸۲۴/۹۳
Total	۴۰	۵۴۳/۲۱۲۵±۳۲۱/۳۶۱۹	۵۰/۸۱۱۷	۴۴۰/۴۳۶	۶۴۵/۹۸۹	۱۰۰/۳۰	۱۸۲۴/۹۳

جدول ۳- مقایسه میانگین داده‌های گروهها با استفاده از آزمون T-Test Paired Samples

نتیجه آزمون t	Paired Differences				گروههای مقایسه
	سطح معنی داری	درجه آزادی	خطای معیار برای میانگین	میانگین و انحراف معیار	
۱/۳۸۱	۰/۲۰۱	۹	۴۴/۵۴۸	۶۱/۵۰۰±۱۴۰/۸۷۵	Pair1: Polish24h-Polish30D
-۴/۷۸۸	۰/۰۰۱	۹	۷۱/۸۸۱	۳۴۳/۴۵۰±۲۲۷/۳۰۸	Pair2: GB24h-GB30D
-۳/۳۳۶	۰/۰۰۸	۹	۷۸/۶۳۴	۲۶۴/۷۴۵±۲۴۸/۶۶۲	Pair3: Etch24h-Etch30D
-۱/۶۸۲	۰/۱۲۷	۹	۱۵۴/۸۶۲	۲۶۰/۵۳۶±۴۸۹/۷۱۹	Pair4: GB&Etch24h- GB&Etch30D

## بحث و نتیجه گیری

در مرحله اول با قرارگرفتن نمونه‌ها در محیط آب مقطر ۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت، هیچ اختلاف معنی داری در میزان Fracture Toughness بین گروههای Polished، Gritblasted، Etched شده و Etched و Gritblasted وجود نداشت ( $P > ۰/۰۵$ ). این یافته با مطالعه قبلی (۷) مشابه می‌باشد.

نحوه شکست غالب در گروه Polished از نوع Mixed Resin/ Interface و در گروه Gritblasted شده

همانطور که در مقدمه ذکر شد این مطالعه در ادامه مطالعه قبلی (۷) انجام شد تا نتایج حاصل از آزمایش Fracture Toughness نیز مورد بررسی قرار گیرد؛ به همین منظور مواد انتخاب شده برای تهیه نمونه‌ها و نیز تمام مراحل تهیه و آماده‌سازی نمونه‌ها اعم از نحوه پالیش، شستشو و نحوه اعمال محلول سایلن و ترکیب درصد محلول سایلن دقیقاً با مطالعه قبل مشابه بود.

دیگر نحوه های مختلف شکست یک پدیدهٔ دیررس می‌باشند که پس از روی دادن شکست بحرانی و پس از Stable Crack Growth اتفاق می‌افتند و ممکن است در هر جهتی بین Interface یا در طول سه ناحیه از مواد انتشار یابند (۱۰).

مرحله دوم مطالعه که پس از نگهداری در محیط آب مقطر ۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۳۰ روز انجام گرفت، نتایج متفاوتی داشت. گروه Polished از نظر میزان Fracture Toughness به طور قابل ملاحظه با سه گروه دیگر تفاوت داشت ( $P < 0.05$ ) و مقدار  $G_{IC}$  برای سه گروه دیگر بالاتر از گروه Polished بود.

در این حالت دو احتمال وجود دارد:

۱- نگهداری در آب باعث تضعیف باند در گروه Polished شده است.

۲- نگهداری در آب باعث تقویت باند در سه گروه دیگر شده است.

مقایسهٔ تک به تک گروهها در دو محیط نگهداری آب ۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت و ۳۰ روز، نشان داد که میزان Fracture Toughness در گروه پالیش در دو محیط نگهداری اختلاف معنی‌داری نداشت ( $P > 0.05$ )؛ اما اختلاف معنی‌داری در گروههای اچ شده و Gritblasted شده وجود داشت ( $P < 0.05$ ). از این داده‌ها می‌توان چنین نتیجه‌گیری کرد که نگهداری در آب باعث تقویت باند بین رزین و سرامیک در گروههای Gritblasted شده و Etched شده، گردیده است؛ البته گروه چهارم (Gritblasted و Etched شده) از نظر میانگین بعد از نگهداری در آب مقطر به مدت ۳۰ روز حدوداً دو برابر شده بود ولی به دلیل انحراف معیار بالا که در مرحله دوم در این گروه وجود داشت، اختلاف قابل ملاحظه‌ای وجود نداشت ( $P > 0.05$ ).

انحراف معیار بالا در این آزمون را می‌توان بطور خلاصه به عوامل زیر مربوط دانست:

از نوع Cohesive در رزین و در دو گروه دیگر سایر نحوه‌های شکست مشاهده شد.

لازم به ذکر است که در دو گروهی که با HF اچ شده بودند، شکستهای Cohesive در سرامیک و نیز Mixed Ceramic/Interface مشاهده می‌شد؛ در حالی که در دو گروه Polished و Gritblasted تنها یک شکست در سرامیک مشاهده شد.

بنابراین می‌توان چنین نتیجه‌گیری کرد که شاید اچ کردن سطح سرامیک با HF باعث تضعیف سرامیک می‌شود و به این دلیل است که شکست در سرامیک روی می‌دهد؛ اما اگر قرار بود استحکام باند به دلیل اچ کردن افزایش یابد، بایستی شکستهای Cohesive در رزین بیش از سرامیک می‌شد؛ (با توجه به این که استحکام سرامیک استفاده شده در این مطالعه بیشتر از رزین کامپوزیتی بود).

همچنین با وجودی که طراحی آزمون مشابه آزمون استحکام باند برشی بود، نحوه شکست غالب نمونه‌ها به صورت Cohesive در Substrate سرامیکی نبود و بیشترین نحوه شکست به صورت Mixed یا Cohesive در رزین کامپوزیتی بود که این یافته مشابه یافته Tantbirojn و همکاران می‌باشد (۱۰).

همانطور که قبلاً نیز اشاره شد، انتشار Crack در دو مرحله اتفاق می‌افتد:

۱- Stable Crack Growth

۲- Unstable Crack Growth

هنگامی که اعمال نیرو آغاز می‌شود، در مرحلهٔ Stable قرار دارد؛ با رسیدن Crack به طول بحرانی خود، نیرو به بیشترین میزان خود می‌رسد ( $F_{max}$ ) و این حداکثر نیرو برای محاسبهٔ  $G_{IC}$  بکار می‌رود؛ سپس نیرو وارد مرحلهٔ Unstable می‌شود. نحوه‌های مختلف شکست، معمولاً در مرحلهٔ Unstable Crack Growth رخ می‌دهند. در چنین شرایطی مقدار  $G_{IC}$  تحت تأثیر نحوه شکست قرار نمی‌گیرد؛ به عبارت

Gritblasted شده از نوع Cohesive در رزین و Mixed Resin/Interface و در دو گروه دیگر سایر انواع شکست مشاهده شد. با توجه به نحوه شکست نمونه‌ها، آزمون اندازه‌گیری Interfacial Fracture Toughness استفاده‌شده در این مطالعه، می‌تواند روش مناسبی برای بررسی باند بین رزین کامپوزیتی و سرامیک دندان‌دانی باشد.

همانطور که توضیح داده شد این مطالعه با مطالعه قبلی (۷) که از آزمون<sup>8</sup> TBS استفاده شده بود، نکات مشترک و غیرمشترک دارد. مهمترین تفاوت بین این دو مطالعه، تقویت اتصال رزین-سرامیک پس از نگهداری در آب بود؛ هر چند در مطالعه قبلی نیز این یافته مشاهده شد ولی میزان افزایش استحکام اتصال، قابل ملاحظه نبود؛ البته ممکن است آزمون TBS به اندازه آزمون Fracture Toughness قادر نباشد تقویت اتصال را نشان دهد. در مطالعه قبلی علاوه بر محیط نگهداری آب مقطر ۳۷ درجه سانتیگراد از دو محیط نگهداری دیگر (ترموسایکلینگ به میزان ۳۰۰۰ سیکل بین ۵ و ۵۵ درجه و نگهداری در آب مقطر ۱۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت) نیز استفاده شد و هیچ‌گونه کاهش در TBS گروه‌ها بعد از ترموسایکلینگ وجود نداشت؛ در TBS نمونه‌ها بعد از نگهداری در آب ۱۰۰ درجه سانتیگراد کاهش قابل ملاحظه‌ای مشاهده شد ولی با توجه به این که نحوه شکست به صورت Cohesive در رزین بود، نتیجه‌گیری می‌شود که کاهش TBS به دلیل تضعیف رزین بود و باند سایلن به سرامیک در مقابل حمله هیدرولیتیک مقاومتر از رزین می‌باشد.

نتایج حاصل از مطالعه Pilliar و همکاران نیز نشان داد که نگهداری در آب ۳۷ درجه سانتیگراد، میزان Fracture Toughness کامپوزیت‌ها را افزایش می‌دهد که با مطالعه حاضر همخوانی دارد (۱۲).

افزایش استحکام باند پس از نگهداری در آب ممکن

- در این مطالعه به دلیل محدودیتهای متعدد از حجم نمونه کم استفاده شد (تقریباً از حداقل حجم نمونه استفاده شد) و با کاهش حجم نمونه انحراف معیار افزایش می‌یابد.

- ممکن است در بعضی نمونه‌ها با Defect Driven Failure مواجه شویم که در هر ناحیه‌ای ممکن است، رخ دهد و تأثیر زیادی روی نتایج بگذارد.

- مهمترین عاملی که در این مطالعه روی مقدار کارایی Adhesion اندازه‌گیری شده تأثیرگذار است، ناحیه اتصال می‌باشد. گزارش شده است که خارج شدن و ریز نشد ماده Adhesive از ناحیه اتصال، باعث افزایش مقدار عددی استحکام باند می‌شود (۱۱). در مطالعه حاضر از نوار تفلون برای کنترل ناحیه Adhesive استفاده شد. نوار برای بدست آمدن سیل کامل برنیش و کاملاً از نظر دقت بررسی شد ولی با وجود این اقدامات، تعدادی نقایص میکروسکوپی در سطح مشاهده شد که ممکن است روی نتایج تأثیر گذاشته باشند. انتظار می‌رود مهمترین تأثیر این عامل، بالا رفتن انحراف معیار انرژی بحرانی  $G_{IC}$  باشد. در تعدادی از نمونه‌ها که ریز نشد قابل ملاحظه‌ای مشاهده می‌شد و نتایج را بیش از اندازه تحت تأثیر قرار داده بود، نمونه‌ها دوباره آماده شدند و مورد آزمون قرار گرفتند.

با این حال، با محدودیتهای موجود در این مطالعه، در مقدار Interfacial Fracture Toughness برای گروه Gritblasted اختلاف معنی‌داری با گروه‌های Etched و Gritblasted و Etched در هر دو محیط نگهداری آب ۳۷ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت و ۳۰ روز مشاهده نشد ( $P > 0.05$ )؛ بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که با Gritblasted نمودن تنها بدون اسید اچینگ باند مطمئن بین سرامیک و رزین کامپوزیت می‌تواند ایجاد شود.

نحوه شکست برای گروه‌ها در مرحله دوم مطالعه تقریباً مشابه با مرحله اول بودند. نحوه شکست غالب در گروه Polished از نوع Mixed Resin/Interface بود و در گروه

<sup>8</sup> TBS: Tensile Bond Strength

است به دلایل زیر باشد:

۱- افزایش Fracture Toughness رزین به دلیل

Plastisizing ماتریکس رزینی توسط آب

۲- کاهش الاستیک مدولوس رزین در لبه‌ها به دلیل

نفوذ آب که این پدیده تمرکز تنش را در اطراف مارژین‌ها کاهش می‌دهد.

۳- اثر Post-Curing رزین کامپوزیتی در دماهای بالا

(با توجه به این که در کامپوزیت‌های Dual-Cure واکنش پلیمریزاسیون تا مدت طولانی ادامه می‌یابد).

Della Bona و همکاران در مطالعه‌ای

Fracture Toughness اتصال بین سرامیک و رزین

کامپوزیتی را اندازه‌گیری کردند (۸). آنها از سه نوع

Surface Treatment زیر برای سطوح سرامیکی استفاده

کردند و هیچ‌گونه اختلاف معنی‌داری در مقدار میانگین

Interface Toughness بین دو گروه ۱ و ۲ مشاهده

نکردند:

۱- HF ۹/۶٪ به مدت ۲ دقیقه

۲- Silane

۳- Silane + HF

همچنین مقدار میانگین Interface Toughness برای

گروه ۳ به طور قابل ملاحظه‌ای بالاتر از گروه ۱ بود. نتایج آن

مطالعه نیز با تحقیق حاضر همخوانی دارد و نشان‌دهنده نقش

مهم سایلن در تقویت اتصال بین سرامیک و رزین کامپوزیتی

می‌باشد.

Della Bona و همکاران مطالعه دیگری نیز در مورد

اتصال سرامیک-رزین انجام دادند و تأثیر

Surface Treatment سرامیک بر TBS به رزین کامپوزیت

را بررسی نمودند (۹). روشهای Treatment مورد استفاده در

تحقیق ایشان عبارت بود از:

۱- استفاده از آمونیوم بدون فلوراید ۱۰٪ به مدت ۱

دقیقه

۲- HF ۹/۶٪ به مدت ۲ دقیقه

۳- APF<sup>9</sup> ۴٪ به مدت ۲ دقیقه

۴- استفاده از Silane Coupling Agent

نتایج مطالعه آنها میزان TBS بالایی را در سطوح

Treat شده با سایلن نسبت به سه گروه دیگر نشان داد که از

نظر آماری معنی‌دار بود و با مطالعه حاضر همخوانی دارد؛ زیرا

در این مطالعه نیز با کاربرد صحیح سایلن اتصال مناسبی بین

سرامیک و رزین کامپوزیتی ایجاد شد و نیازی به اچ کردن

سطح سرامیک نبوده است.

Della Bona و همکاران Fracture Toughness

اتصال رزین کامپوزیتی را نیز به دو نوع سرامیک

Lithium Disilicate-Based و Leucite-Based

اندازه‌گیری کردند. نتایج این مطالعه نشانگر اختلاف

معنی‌داری در میزان میانگین K<sub>IC</sub> در دو گروه بود؛ همچنین

مقدار K<sub>IC</sub> را تحت تأثیر ساختار میکروسکوپی سرامیک اعلام

کردند (۱۳)؛ بنابراین می‌توان چنین بیان نمود که تغییر در نوع

سرامیک ممکن است میزان Fracture Toughness اتصال

بین سرامیک و رزین کامپوزیتی را تحت تأثیر قرار دهد. در

همین ارتباط در مطالعه Hooshmand و همکاران، سطح

سرامیک‌های Leucite Reinforced از نظر ترکیب وضعیت

شیمیایی به روش X-ray Photoelectron Spectroscopy

تحلیل گردید و این نتیجه حاصل گردید که ترکیب و وضعیت

شیمیایی سطح برای پنج نوع سرامیک

Leucite Reinforced Feldspathic مشابه می‌باشد و

استحکام اتصال یکسانی توسط سایلن به رزین کامپوزیتی

برای این نوع سرامیک‌ها پیش‌بینی شد. در این تحقیق، انجام

بررسی‌های بیشتری برای بررسی ترکیب و وضعیت شیمیایی

سطح انواع دیگر سرامیک‌ها که حاوی انواع دیگر کریستال‌ها

می‌باشند، پیشنهاد گردید (۱۴).

در مجموع نتایج متفاوتی که در برخی مطالعات در مورد

<sup>9</sup> Acidulated Phosphate Fluoride

شوند. برای ترمیم سطوح سرامیکی شکسته شده، می‌توان با استفاده از سیستم Intra-Oral Gritblasting (به همراه رابردم) سطح سرامیکی متصل‌شونده به رزین را Gritblast نمود و سپس سایلن را بکار برد.

پیشنهاد می‌شود اتصال بین سرامیک و رزین توسط اعمال سایلن به صورت کلینیکی و در طولانی مدت نیز مطالعه شود تا کیفیت و قابلیت اتصال بطور واقعی در محیط دهان و تحت نیروهای مضغی مورد ارزیابی قرار گیرد؛ همچنین بهتر است تأثیر نگهداری در آب در اتصال بین سرامیک و رزین روی Surface Treatment های متفاوت با بکاربردن محلول سایلن به طریق شیمیایی نیز تحلیل گردد تا به همراه یافته‌های فیزیکی که از آزمونهای اندازه‌گیری استحکام اتصال به دست می‌آیند منجر به نتیجه‌گیری قطعی در مورد تأثیر نگهداری در آب روی میزان اتصال شود.

### تشکر و قدردانی

در خاتمه از مسؤولین محترم مرکز تحقیقات علوم و تکنولوژی در پزشکی وابسته به دانشگاه علوم پزشکی تهران که امکانات لازم جهت آزمایشهای مربوط به این تحقیق را فراهم کردند، تشکر و قدردانی می‌گردد.

Fracture Toughness اتصال بین سرامیک و رزین کامپوزیتی در مقایسه با مطالعه حاضر مشاهده شد، ممکن است به این دلیل باشد که تاکنون در هیچ یک از مطالعات قبلی از روش بهینه شده کاربرد سایلن استفاده نشده است و مطالعه حاضر اولین مطالعه‌ای است که Fracture Toughness اتصال سرامیک به رزین کامپوزیتی را با استفاده از روش بهینه شده کاربرد سایلن مورد بررسی قرار داده است.

با توجه به نحوه شکست نمونه‌ها که اغلب Mixed Interface/Resin و یا Cohesive در رزین بودند، آزمون اندازه‌گیری Interfacial Fracture Toughness مورد استفاده در این مطالعه، می‌تواند روش مناسبی برای بررسی اتصال بین رزین کامپوزیتی و سرامیک دندان باشد.

با استفاده از روش مناسب کاربرد سایلن که در این مطالعه از آن استفاده شد همراه با Gritblasting سطح سرامیک، اتصال مطمئنی بین سرامیک و رزین کامپوزیتی ایجاد می‌شود؛ به طوری که دیگر نیازی به اچ کردن سطوح سرامیکی توسط HF که اسید خطرناکی است، نمی‌باشد.

برای سمان کردن رستوریشن سرامیکی بهتر است ابتدا سطوح سرامیکی Gritblast شوند و سپس توسط سایلن با روش بهینه‌شده Treat و سپس با رزین کامپوزیتی متصل

### منابع:

- 1- Wolf DM, Powers JM, O'keefe KL. Bond strength of composite to porcelain treated with new porcelain repair agents. Dent Mater 1992; 8:158-61.
- 2- Appeldoorn RE, Wilwerding TM, Barkmeier WW. Bond strength of composite resin to porcelain with newer generation porcelain repair systems. J Prosthet Dent 1993; 70(1): 6-11.
- 3- Roulet JF, Söderholm KJM, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. J Dent Res 1995; 74(1): 381-87.
- 4- Kamada K, Yoshida K, Atsuta M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. J Prosthet Dent 1998; 79:508-13.
- 5- Shahverdi S, Canay S, Sahin E, Bilge A. Effects of different surface treatment methods on the bond strength of composite resin to porcelain. J Oral Rehabil 1998; 25: 699-705.
- 6- van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. J Dent 1989; 17:61-67.
- 7- Hooshmand T, Van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. Dent Mater 2002; 18: 179-88.
- 8- Della Bona A, Mecholsky JR, Anusavice KJ. Fracture toughness of resin composite bonded to Lithia disilicate

ceramic. J Dent Res 2001 ,Special Issues.

9- Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JA. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. Int J Prosthodont 2002; 15: 248-53.

10- Tantbirojn D, Cheng YS, Versluis A, Hodges JS, Douglas WH. Nominal shear or fracture mechanics in the assessment of composite-dentin adhesion? J Dent Res 2000; 79(1): 41-48.

11- Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. J Dent Res 1991; 70: 889-93.

12- Pilliar RM, Smith DC, Mario B. Fracture toughness of dental composites determined using short-rod fracture toughness test. J Dent Res 1986; 65: 1308-14.

13- Della Bona A, Mecholsky JR, Anusavice KJ. Apparent fracture toughness of resin composite bonded to ceramic. J Dent Res 2002; Special Issues, Abstract No. 1149.

14- Hooshmand T, Daw R, Van Noort R, Short RD. XPS analysis of the surface of leucite-reinforced feldspathic ceramics. Dent Mater 2001; 17: 1-6.