

## بررسی اثر سایز و مقدار ذرات نانو سیلیکای آمورف بر چقرمگی شکست کامپوزیت رزین دندانی

دکتر حمیده برغمندی<sup>۱</sup> دکتر محمد عطایی<sup>۲</sup> دکتر محمد ایمانی<sup>۳</sup> دکتر مسعود اسفنده<sup>۴</sup>

۱- دکتری مهندسی پزشکی، دانشکده مهندسی پزشکی، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران

۲-استاد گروه پلیمر، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

۳-دانشیار داروسازی، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

۴-دانشیار گروه پلیمر، پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

### خلاصه:

**سابقه و هدف:** به دلیل اهمیت ویژه کامپوزیت‌های دندانی در دندانپزشکی ترمیمی و ضعف این مواد در خواصی نظیر چقرمگی و سرعت سایش بالا، مطالعه خواص مکانیکی کامپوزیت‌های دندانی از اهمیت خاصی برخوردار است. هدف از این تحقیق ارزیابی اثر مقدار و اندازه نانوذرات بر چقرمگی شکست کامپوزیت‌های دندانی با ماتریس رزین بود.

**مواد و روش‌ها:** مطالعه بصورت تجربی و آزمایشگاهی انجام شد. ذرات سیلیکا در دو متوسط اندازه ذره‌ای (mean particle size) ۱۲ نانومتر و ۴۰ نانومتر انتخاب شدند. نانوذرات سیلیکا با استفاده از عامل جفت کننده سیلانی- $\gamma$  methacryloxypropyltrimethoxysolane اصلاح سطح شدند. اصلاح سطح پرکننده‌ها با استفاده از سیلان توسط آزمون‌های FTIR و TGA مورد ارزیابی و تأیید قرار گرفت. کامپوزیت‌ها با درصد‌های وزنی مختلف از پرکننده، در ده گروه مجزا آماده شدند. کامپوزیت‌های حاوی نانوذرات ۱۲ نانومتری (۰، ۱۵، ۲۰، ۲۵ و ۳۰٪ وزنی/وزنی) و ۴۰ نانومتری (۰، ۲۵، ۳۵، ۴۵، ۵۰ و ۵۳٪ وزنی/وزنی) به لحاظ چقرمگی شکست بررسی شدند. چگونگی شکست و نیز توزیع ذرات پرکننده درون ماتریس پلیمری نیز به ترتیب توسط SEM و TEM مورد بررسی قرار گرفت. نتایج آزمون‌ها به روش ANOVA مورد ارزیابی و تحلیل آماری قرار گرفت.

**یافته‌ها:** نتایج آزمون‌ها نشان دهنده افزایش قابل توجه چقرمگی شکست به دنبال افزایش مقدار پرکننده بود. این افزایش دارای یک حد بهینه است و پس از آن چقرمگی شکست مجدداً کاهش می‌یابد. همچنین نتایج نشان داد که چقرمگی شکست در کامپوزیت‌های حاوی نانوذرات ۱۲ نانومتری بصورت معنی داری بالاتر از چقرمگی شکست در کامپوزیت‌های حاوی نانوذرات ۴۰ نانومتری است ( $p=0/03$ ).

**نتیجه‌گیری:** اندازه ذرات فاز پراکنده بر چقرمگی شکست نانوکامپوزیت تأثیرگذار است و با کاهش اندازه ذرات فاز پراکنده چقرمگی شکست کامپوزیت افزایش می‌یابد. چقرمگی شکست با افزایش مقدار پرکننده، افزایش یافته است، اما این افزایش دارای یک حد بهینه است.

**کلید واژه‌ها:** کامپوزیت رزین، نانوذرات، سیلیکا، چقرمگی شکست

وصول مقاله: ۹۶/۷/۲۹ اصلاح نهایی: ۹۶/۱۱/۸ پذیرش مقاله: ۹۶/۱۱/۱۹

### مقدمه:

قرار دارند.<sup>(۱، ۲)</sup> به منظور افزایش کارایی کامپوزیت‌های ذره‌ای (particulate composites)، دانستن رفتار و خواص سختی، استحکام، چقرمگی و سایر خواص مکانیکی حائز اهمیت هستند. دانشمندان زیادی اثر تغییر عواملی نظیر ماتریس، پرکننده و نیز فصل مشترک پرکننده و ماتریس را بر خواص فوق ارزیابی کرده‌اند.<sup>(۳)</sup> از آن‌جا که با تغییر ماتریس کامپوزیت‌ها، پیشرفت قابل ملاحظه‌ای در خواص کامپوزیت حاصل نشده است<sup>(۳)</sup>، لذا

کامپوزیت‌های دندانی به دلیل رنگ و زیبایی مطلوب‌شان یکی از پرکاربردترین مواد در دندانپزشکی ترمیمی به شمار می‌روند. در حال حاضر کامپوزیت‌های دندانی به سرعت جایگزین آمالگام می‌شوند، هرچند که در خواص متعددی نظیر مقاومت به سایش، سختی، چقرمگی شکست در رتبه پایین‌تری نسبت به آمالگام

مونومر Triethyleneglycol dimethacrylate (TEGDMA) از شرکت Evonik آلمان تهیه شدند. N-N-Camphorquinone (CQ) و dimethylaminoethyl methacrylate (DMAEMA methacryloxy)propyl trimethoxy silane ( $\gamma$ -۳ MPS) از شرکت Sigma Aldrich آلمان خریداری شدند. نانوذرات سیلیکا با اندازه ذرات اولیه ۱۲ نانومتر (Aerosil®) 200، به اختصار آن را ASN12 می‌نامیم) و 40 nm (Aerosil® OX50)، به اختصار آن را ASN40 می‌نامیم) از شرکت Evonik آلمان تهیه شدند. اسید استیک از شرکت Merck آلمان خریداری شد.

#### آماده سازی نمونه‌های کامپوزیت

نانوذرات ASN12 و ASN40 به ترتیب با استفاده از ۵ و ۱۰ درصد وزنی  $\gamma$ -MPS، اصلاح سطح شدند. از محلول آب و الکل با نسبت وزنی ۷۰/۳۰ برای هیدرولیز  $\gamma$ -MPS بمدت ۳۰ دقیقه استفاده شد و pH توسط اسید استیک در حدود ۳-۴ تنظیم شد. سپس نانوذرات به این محلول اضافه شده و به مدت یک هفته در دمای اتاق نگهداری شدند. در نهایت، نانوذرات توسط الکل شستشو و و سپس در هوای محیط، الکل باقیمانده تبخیر شده و نانوذرات خشک شدند. نانوذرات سیلان به الکل اتانول ۹۸٪ اضافه شدند و این مخلوط تحت امواج اولتراسوند با توان w400 در طول ۱۰ دقیقه به فاز ماتریس

(bis-GMA/TEGDMA با نسبت ۷۰/۳۰ وزنی) اضافه شد. ارتعاشات ایجاد شده با فرکانس KHZ20 و دامنه‌ای بین ۱۰ تا ۵۰ میکرومتر (حدود نصف قطر موی سر) به مایع منتقل شده و در نهایت الکل، تحت خلأ از مجموعه جدا شد. به خمیر به دست آمده ۰/۵ درصد وزنی CQ بعنوان آغازگر و ۰/۵ درصد وزنی DMAEMA بعنوان تسریع کننده واکنش اضافه شد. کامپوزیت‌ها در ده گروه تهیه شدند که ترکیب آن‌ها در جدول آورده شده است که A معرف کامپوزیت‌های

تحقیقات روی پرکننده‌ها متمرکز شده است. بررسی چگونگی تغییرات خواص مکانیکی، شامل افزودن مقادیری از پرکننده معدنی با ابعاد میکرونی به ماتریس پلیمری بوده است.<sup>(۴)</sup> تاکنون بالا بردن درصد فاز معدنی در کامپوزیت‌های دندانی امکانپذیر نبوده است. چرا که ذرات پرکننده در کنار یکدیگر به صورت یکنواخت، متراکم و فشرده نمی‌شوند و علاوه بر این افزودن درصد بالایی از پرکننده به ماتریس، ویسکوزیته کلی سیستم را به شدت افزایش می‌دهد.<sup>(۵)</sup> ویسکوزیته بالا، کار را برای دندانپزشک مشکل می‌کند و امکان فشردن مواد، درون حفره دندانی وجود نخواهد داشت. محدوده اندازه ذرات مورد استفاده در کامپوزیت‌های دندانی بسیار متغیر است و نیز مطالعات زیادی نشان می‌دهند که خواص مکانیکی کامپوزیت‌های دندانی توسط اندازه ذره کنترل می‌شوند.<sup>(۶،۷)</sup> در حال حاضر برای غلبه بر مشکلات موجود، اثر نانوذرات (ذراتی با اندازه کمتر از ۱۰۰ nm) بر خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها، مورد مطالعه است تا بتوان با استفاده از نانوذرات ضمن استفاده از مقادیر حجمی پایین‌تری از پرکننده، خواص مکانیکی کامپوزیت را بهبود بخشید.<sup>(۸،۹)</sup>

با توجه به نیاز و نیز توسعه روزافزون استفاده از کامپوزیت‌ها در پزشکی و دندانپزشکی ضرورت ارزیابی خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها بیش از پیش احساس می‌شود. گرچه در زمینه کامپوزیت‌های ذره‌ای و خواص فیزیکی و مکانیکی آن‌ها مطالعات زیادی انجام شده است اما در این مطالعات برخی از عوامل مثل اندازه ذرات پرکننده، کمتر مورد توجه قرار گرفته است. به ویژه در مورد کامپوزیت‌های ذره‌ای مورد استفاده در دندانپزشکی (کامپوزیت‌های دندانی) اطلاعات زیادی درباره ارتباط بین خواص و ساختار وجود ندارد.<sup>(۱۰)</sup> بنابراین در مطالعه حاضر روند تغییرات چقرمگی شکست کامپوزیت با افزودن درصد‌های بالایی از پرکننده معدنی با ابعاد نانومتری مورد ارزیابی و مقایسه قرار گرفت.

#### مواد و روش‌ها

مطالعه به صورت تجربی و آزمایشگاهی انجام شد. مونومر Bisphenol A glycidylmethacrylate (bis-GMA) و

برای پرتودهی و پخت نمونه‌ها از دستگاه لایست کیور (LEDemetron(Kerr, USA) استفاده شد. برای ایجاد شکاف در نمونه شیاری به ضخامت یک تیغ بیستوری در یک ضلع قالب در نظر گرفته شد که قبل از پرشدن قالب با خمیر مورد نظر، یک تیغ بیستوری با طولی معادل نصف عرض قالب (که اندازه آن با کولیس محاسبه شد) در آن شیار قرار گرفت تا بتواند شکاف لازم برای آزمون چقرمگی شکست را در نمونه ایجاد کند. قبل از انجام آزمون، نمونه‌ها به مدت ۲۴ ساعت درون بزاق مصنوعی در دمای ۳۷ درجه سانتیگراد نگهداری شدند و سپس تحت آزمون قرار گرفتند.

چقرمگی شکست،  $K_{IC}$ ، از معادله زیر محاسبه شد<sup>(۱۳)</sup>:

$$K_{IC} = \left[ \frac{PF}{BW^{3/2}} \right] * F \left( \frac{a}{W} \right) \quad (MPa\sqrt{m})$$

که در آن P معرف بار اعمال شده به نمونه در زمان شکست بر حسب نیوتن، S معرف فاصله بین دو تکیه‌گاه (mm20) و W و B به ترتیب عرض و ضخامت نمونه بر حسب میلی‌متر هستند و a نیز طول شکاف بر حسب میلی‌متر که معادل نصف عرض نمونه است.

$F(a/w)$  تابعی است که مقدار آن از رابطه زیر به دست می‌آید.

$$F(a/w) = [(2 + a/w)/(1 - a/w)^{3/2}] * (0.866 + 4.64(a/w) - (13.32(a/w)^2 + 14.72(a/w)^3 - 5.6(a/w)^4)$$

آزمون‌های توصیفی

میکروسکوپ الکترونی روبشی، (Zeiss UK) Evo®40، میکروسکوپ الکترونی عبوری (Philips, Netherland) CM30، اسپکترومتر (Bruker, Germany) Vertex 80، دستگاه گرما وزن سنجی (METTLER TOLEDO) TGA/DSC1، (Swiss) ، به ترتیب برای ارزیابی سطح شکست نمونه‌ها، الگوی توزیع ذرات پراکنده درون رزین، بررسی کیفی و اثبات انجام واکنش سیلان شدن و نیز بررسی کمی انجام واکنش سیلان کردن مورد استفاده قرار گرفتند.<sup>(۱۴)</sup> نتایج به دست آمده از آزمون‌های مختلف توسط نرم افزار SPSS و به روش ANOVA-Tukey's HSD مورد بررسی و مقایسه قرار گرفتند. آزمون هفت

حاوی نانوذرات ASN12 و O معرف کامپوزیت‌های حاوی نانوذرات ASN40 است.

کامپوزیت‌های آماده شده در ده ترکیب مختلف

فاز معدنی

گروه	فاز معدنی (wt.%)
	A12-1 ۰
	A12-2 ۱۵
کامپوزیت‌های حاوی نانوذرات ASN12 (A)	A12-3 ۲۰
	A12-4 ۲۵
	A12-5 ۳۰
	O40-1 ۲۵
	O40-2 ۳۵
کامپوزیت‌های حاوی نانوذرات ASN40 (O)	O40-3 ۴۵
	O40-4 ۵۰
	O40-5 ۵۳

آزمون چقرمگی شکست (FT)

آزمون چقرمگی شکست نانوکامپوزیت‌ها براساس استاندارد (ASTM E-399:1997) انجام شد.<sup>(۱۱)</sup> آزمون با استفاده از دستگاه آزمون عمومی (Universal Testing Machine) با سرعت 0.1 mm/min هفت نمونه که در قالب فلزی از جنس استینلس استیل با ابعاد ۲۵×۵×۲ میلی‌متر تهیه شدند، انجام شد و از میانگین آن‌ها در تحلیل نتایج استفاده گردید.<sup>(۱۲)</sup> برای آماده‌سازی نمونه، یک لام شیشه‌ای در زیر قالب قرار گرفته و قالب پر شد، سپس لام دوم بر روی آن قرار گرفته و به مدت ۴۰ ثانیه با نور آبی پخت شد.

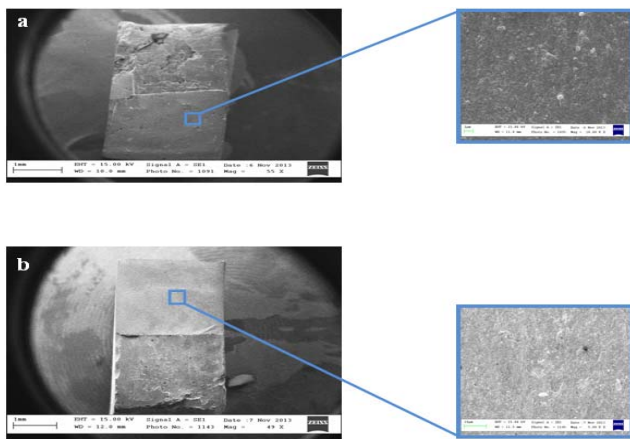
مرتبه تکرار شد و  $p=0/05$  به عنوان معنی دار در نظر گرفته شد.

### یافته‌ها

نانوذرات سیلیکا قبل و پس از اصلاح سطح توسط  $\gamma$ -MPS، با استفاده از طیف بینی مادون قرمز مورد ارزیابی کیفی قرار گرفتند. <sup>(۱۴)</sup> طیف مادون قرمز نانوذرات ASN12 و ASN40 نشان‌دهنده باند جذبی در محدوده 1710-1705  $\text{cm}^{-1}$  و نیز تظاهر پیک در محدوده 1637-1630  $\text{cm}^{-1}$  است.

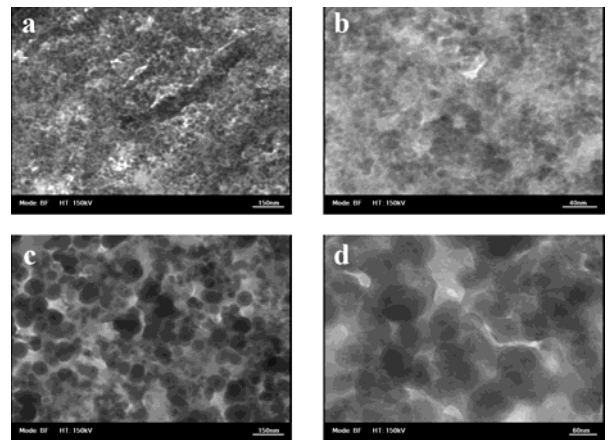
مقدار سیلانی که بر سطح پیوند یافته است، توسط آزمون گرما وزن‌سنجی (TGA) اندازه‌گیری شد. <sup>(۱۵)</sup> کاهش وزن در همه نمونه‌ها به وضوح دیده شد.

توزیع یکنواخت پرکننده‌ها درون رزین توسط آزمون TEM در شکل ۱ آورده شده است.



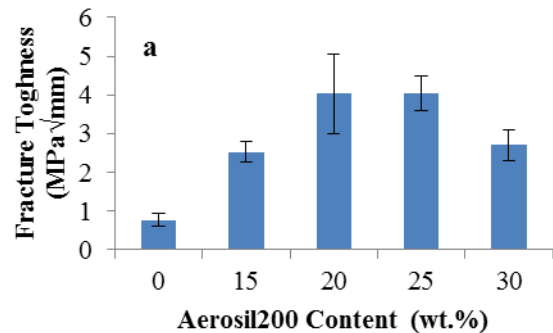
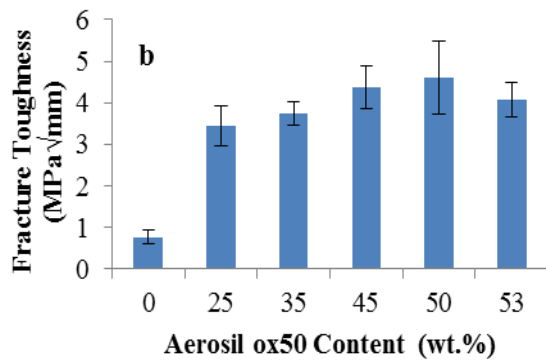
شکل ۲- تصویر میکروسکوپ الکترونی روشی از سطح شکست کامپوزیت‌ها.

در نمودار ۱ نتایج چقرمگی شکست در دو گروه A (حاوی نانوذرات ۱۲ نانومتری) و O (حاوی ذرات ۴۰ نانومتری) نشان داده شده است. مقایسه نتایج در نمونه‌های حاوی ۲۵ درصد حجم پرکننده نشان می‌دهد چقرمگی شکست در گروه A (که حاوی نانوذرات کوچکتری هستند) بزرگتر از چقرمگی شکست در گروه O (که حاوی نانوذرات بزرگتری هستند) است ( $p=0/03$ ). همچنین اثر مقدار ذرات پرکننده بر چقرمگی شکست کامپوزیت‌ها نشان داده شده است و بیانگر آن است که میان چقرمگی شکست رزین و کامپوزیت‌های هر دو گروه تفاوت قابل ملاحظه‌ای وجود دارد ( $p=0,00$ ) همچنین افزایش قابل توجه چقرمگی شکست به دنبال افزایش مقدار پرکننده وجود دارد که این افزایش دارای یک حد بهینه است و پس از آن چقرمگی شکست مجدداً کاهش می‌یابد. بیشینه چقرمگی شکست در گروه A،  $4/03 \pm 0/44$  و در گروه O،  $4/61 \pm 0/87$  بود.



شکل ۱- تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری گروه‌های ۴-۱۲ A (a)، ۵-۱۲ A (b)، ۴-۴۰ O (c) و ۵-۴۰ O (d).

شکل ۲ تصویر SEM از سطح شکست نمونه‌ها را نشان می‌دهد. تصویر a-2 مربوط به نمونه‌ای از گروه A و تصویر b-2 مربوط به نمونه‌ای از گروه O است. سطوح شکست صاف در هر مورد بیانگر شکست ترد است.



نمودار ۱- چقرمگی شکست کامپوزیت‌های حاوی مقادیر مختلف از نانوذرات سیلیکا در دو اندازه ۱۲ و ۴۰ نانومتر

## بحث

پرکننده در درون ماتریس، بهتر انجام شود. در دندانپزشکی، نانوذرات سیلیکا غالباً به دلیل زیست‌سازگاری و نیز رنگ مطلوبشان ترجیح داده می‌شوند.<sup>(۱۸)</sup>

طیف‌های مادون قرمز نانوذرات ASN12 و ASN40 واکنش سیلانه شدن را در نانوذرات تأیید می‌کنند.<sup>(۱۴)</sup>

مقدار سیلانی که بر سطح پیوند یافته است، توسط آزمون گرما وزن سنجی (TGA) اندازه‌گیری شد.<sup>(۱۵)</sup> کاهش وزن مشاهده شده در منحنی TGA تا ۲۰۰°C بیانگر حذف آب و از ۶۰۰°C- ۲۰۰ بیانگر تخریب فاز آلی یا همان  $\gamma$ -MPS است. نانوذرات ASN12 در مقایسه با نانوذرات ASN40، گروه‌های عاملی بیشتری برای پیوند شدن با  $\gamma$ -MPS دارند، چرا که ذرات کوچکتر در مقایسه با ذرات درشت‌تر، مساحت سطح ویژه بیشتری دارند. بنابراین مقدار  $\gamma$ -MPS موجود بر سطح نانوذرات ASN12 بیش از مقدار  $\gamma$ -MPS موجود بر سطح نانوذرات ASN40 است.<sup>(۱۹)</sup>

تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نانوکامپوزیت‌های حاوی ۲۵ و ۳۰ درصد وزنی نانوذرات ASN12 در بخش‌های a و b و نیز تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری از نانوکامپوزیت‌های

اثر اندازه ذره پرکننده و مقدار آن بر خواص مکانیکی کامپوزیت‌ها در مقالات متعددی مورد بررسی قرار گرفته است.<sup>(۱۶، ۵)</sup> در بیشتر این مقالات، میکروذرات مورد بررسی قرار گرفته‌اند. همچنین در سال‌های اخیر نانوکامپوزیت‌های متعددی مورد مطالعه قرار گرفته‌اند و در آنها خواصی نظیر مدول الاستیک مورد ارزیابی قرار گرفته است<sup>(۱۷)</sup> اما لازم است تا مطالعات بیشتری در این زمینه انجام شود و متغیرهای دیگری نظیر استحکام شکست و ارتباط آن با اندازه ذرات مورد مطالعه قرار گیرد. بنابراین در تحقیق حاضر به نانوذرات و ارتباط اندازه ذرات و نیز مقادیر مختلف از آن‌ها با چقرمگی شکست کامپوزیت توجه شده است.

## اصلاح سطح

تجمع نانوذرات در کنار یکدیگر منجر به تشکیل ذرات میکرومتری می‌شود که این امر سبب کاهش خواص مکانیکی نانوکامپوزیت‌ها می‌شود. بنابراین ذرات پرکننده نیازمند اصلاح سطح هستند تا تشکیل آگلومرها کمتر شده و پخش ذرات

نشان داد، به دنبال کاهش اندازه ذرات پرکننده، انرژی سطح شکست نیز افزایش می‌یابد و این افزایش معرف افزایش چقرمگی شکست است.<sup>(۲۴)</sup> مطالعات متعددی به بررسی اثر اندازه پرکننده‌های میکرو و نانو بر چقرمگی شکست کامپوزیت‌ها، پرداخته است و نتایج آن‌ها حاکی از افزایش چقرمگی شکست به دنبال کاهش اندازه ذره پرکننده است.<sup>(۵، ۲۵)</sup> در یک حجم ثابت از پرکننده، مساحت ناحیه فصل مشترک میان پرکننده و ماتریس برای ذرات کوچکتر، بیشتر است. در واقع نقاط تمرکز تنش در حضور ذرات کوچکتر کاهش می‌یابد و این امر سبب می‌شود تا کامپوزیت‌های حاوی ذرات کوچکتر، چقرمگی شکست بزرگتری در مقایسه با کامپوزیت‌های حاوی ذرات بزرگتر، نشان دهند.

همچنین در نمودار ۱ اثر مقدار ذرات پرکننده بر چقرمگی شکست کامپوزیت‌ها قابل ارزیابی است و نشان می‌دهد که میان چقرمگی شکست رزین و کامپوزیت‌های هر دو گروه تفاوت قابل ملاحظه‌ای وجود دارد ( $p=0,00$ ). با توجه به مقادیر به دست آمده برای چقرمگی شکست هر دو گروه می‌توان گفت که این ویژگی به دنبال افزایش مقدار پرکننده، افزایش یافته است، اما به نظر می‌رسد نمودار حاصل پس از شیب مثبت که بیانگر افزایش چقرمگی شکست است، یک شیب منفی را نیز داراست. شیب منفی مؤید کاهش چقرمگی شکست است. در واقع می‌توان نتیجه گرفت یک حد بهینه برای افزایش مقدار پرکننده، قابل شناسایی است (این حد بهینه در گروه A معادل ۲۰ درصد وزنی و در گروه O معادل ۴۵ درصد وزنی است). در مورد اثر میزان بارگذاری بر چقرمگی شکست نیز مشابه سایر خواص مکانیکی، افزایش چقرمگی شکست به دنبال افزایش بارگذاری گزارش شده است.<sup>(۲۶، ۲۷)</sup> چقرمگی شکست فرآیند پیچیده‌ای است و نمی‌تواند تنها متأثر از میزان بارگذاری پرکننده باشد. به عقیده Young، هنگامیکه مقدار پرکننده سیلیکا در کامپوزیت‌ها افزایش می‌یابد، رشد ترک در آن به سختی اتفاق می‌افتد. چراکه فاصله میان ذرات کاهش می‌یابد و اندازه نوک ترک به اندازه مؤثر خود برای رشد نمی‌رسد. او می‌افزاید در این حالت احتمالاً سازوکار شکست به دلیل تقابل نوک ترک‌ها با هم، تغییر می‌یابد. همچنین سرعت

حاوی ۵۰ و ۵۳ درصد وزنی نانوذرات ASN40 در بخش‌های c و d از شکل ۱ قابل مشاهده است. تصاویر نشان می‌دهند که پرکننده‌ها به خوبی درون رزین توزیع شده‌اند. به دلیل افزایش سطح در نانوذرات، اثر ناحیه فصل مشترک در این گروه بیش از میکروذرات، حائز اهمیت است.<sup>(۱۶)</sup> عامل جفت‌کننده شیمیایی بر پخش بهتر نانوذرات و نیز بهبود پیوند میان نانوذرات و ماتریس تأثیرگذار است.<sup>(۲۰)</sup> همانطور که شکل ۱ نشان می‌دهد، هرچند که آگلومرها تشکیل شده‌اند، اما از آنجا که نانوذرات ASN12 کوچکتر از نانوذرات ASN40 هستند، سطح مؤثرشان بزرگتر خواهد بود که این امر سبب تشکیل آگلومرهای بیشتری می‌گردد. این مسأله در بخش‌های a و b از شکل ۱ قابل تشخیص است.

### خواص مکانیکی

پدیده شکست در ترمیم دندان‌های خلفی بسیار قابل توجه است. شناخت این پدیده کمک می‌کند بدانیم چگونه تنش اعمالی به نمونه در اطراف یک ترک ریز، تشدید می‌شود. متعاقباً هنگامیکه شدت تنش به حدی برسد که ترک بطور سریع و ناگهانی رشد کند، فاکتور  $K_{Ic}$  یا بیشینه تنش برای شکست، تعریف می‌شود که بیانگر چقرمگی شکست است.<sup>(۳۱)</sup> در شرایط کرنش صفحه‌ای، یک نمونه استاندارد که دارای یک ترک اولیه نیز هست، تحت اعمال نیرو قرار می‌گیرد تا زمانیکه بشکند. اگر شکست نمونه از دیدگاه ماکروسکوپی، ترد باشد آنگاه استحکام شکست را می‌توان به عنوان چقرمگی شکست، قلمداد نمود.<sup>(۲۲)</sup> مقایسه نتایج در نمونه‌های حاوی ۲۵٪ حجم پرکننده نشان می‌دهد چقرمگی شکست در گروه A (که حاوی نانوذرات کوچکتری هستند) بزرگتر از چقرمگی شکست در گروه O (که حاوی نانوذرات بزرگتری هستند) است ( $p=0,03$ ). با استناد به نمودار ۱ می‌توان گفت که وابستگی میان چقرمگی شکست و اندازه ذرات پرکننده، حاصل اثر اندازه ذرات کروی بر اندازه ترک گریفیت در کامپوزیت است. در واقع نشان داده شده است که با افزایش اندازه ذرات پرکننده، اندازه این ترک به سرعت افزایش می‌یابد. هرچه اندازه ذره بزرگتر باشد، شعاع ترک گریفیت بزرگتر می‌شود و  $K_{Ic}$  کوچکتر می‌شود.<sup>(۳۳)</sup> نتایج تحقیقات Mallick و همکاران

همچنین زمانیکه مقدار پرکننده بیشتری به رزین اضافه می‌شود، سازوکارهای متعددی شکل می‌گیرند و با رشد ترک مقابله می‌کنند.

یکی از این سازوکارها این گونه است که وقتی یک ترک با آرایشی از ذرات سخت مواجه می‌شود، متوقف شده و تمایل دارد تا از طریق ایجاد یک ترک ثانویه از میان ذرات عبور کند. گاهی نیز ترک تغییر مسیر می‌دهد و با طولانی شدن مسیر رشد ترک، افزایش چقرمگی شکست کامپوزیت میسر می‌شود.

سازوکار محتمل دیگر آن است که یک ذره در مقابل ترک همانند یک سد قرار می‌گیرد و به‌طور کامل آن را متوقف می‌کند. طبیعی است توقف رشد ترک به معنی افزایش چقرمگی شکست است. نتایج حاصل از تحقیق حاضر با نتایج حاصل از تحقیق Kim و همکاران و Pukanszky و همکاران تطابق دارد. (۲۶،۳۱)

#### نتیجه‌گیری:

اندازه ذرات فاز پراکنده بر چقرمگی شکست نانوکامپوزیت تأثیرگذار است و با کاهش اندازه ذرات فاز پراکنده چقرمگی شکست کامپوزیت افزایش می‌یابد. چقرمگی شکست با افزایش مقدار پرکننده، افزایش یافته است، اما این افزایش دارای یک حد بهینه است.

رشد ترک نیز دچار تغییر می‌شود. او هفت کامپوزیت مختلف با درصد‌های حجمی ۰، ۰/۱۵، ۰/۲۶، ۰/۳۵، ۰/۴۲، ۰/۴۷ و ۰/۵۷ از پرکننده را مورد ارزیابی قرار داد و نتیجه گرفت با افزایش مقدار پرکننده، چقرمگی شکست نیز افزایش می‌یابد. افزایش انرژی شکست در کامپوزیت متأثر از تقابل نوک ترک با فاز پراکنده است. (۲۸)

Mallick و همکاران و Lange و همکاران عقیده دارند هنگامیکه فاصله میان ذرات پرکننده در کامپوزیت زیاد می‌شود، انحنا قوس ایجاد شده در مقابل ترک، کوچکتر می‌شود و بنابراین نیروی لازم برای خروج از این انحنا و منطقه محصور شده توسط ذرات پرکننده، بیشتر خواهد بود. (۲۹،۲۴) بنابراین می‌توان گفت انرژی سطح شکست، با افزایش مقدار پرکننده، افزایش می‌یابد. همچنین طبق این نظریه، هنگامیکه در یک حجم ثابت از پرکننده، فاصله میان ذرات با افزایش اندازه ذرات زیاد می‌شود، انرژی شکست کاهش خواهد یافت (به دنبال افزایش اندازه ذره)، اما همچنان از انرژی شکست ماتریس به تنهایی بیشتر است. Kendall و همکاران معتقد هستند که چقرمگی شکست متأثر از برهم کنش در فصل مشترک است و اگر چسبندگی در فصل مشترک ضعیف باشد، به دنبال افزایش مقدار پرکننده مقاومت در برابر شکست به شدت کاهش می‌یابد. (۳۰)

نتایج به دست آمده از مطالعه Pukanszky و همکاران نشان می‌دهند یک روند افزایشی در انرژی شکست به دنبال افزایش مقدار پرکننده، وجود دارد اما پس از رسیدن انرژی شکست به حد مشخصی، دیگر با افزایش مقدار پرکننده، انرژی شکست افزایش نمی‌یابد و بلکه برعکس کاهش می‌یابد.

او با مطالعه بر روی سازوکار شکست کامپوزیت‌ها اعلام کرد عوامل متعددی نظیر مقدار پرکننده، ساختار کامپوزیت و خصوصاً حضور تجمع‌های ذرات پرکننده می‌تواند بر نتایج آزمون شکست تأثیرگذار باشد. (۳۱)

محققین دلیل افزایش چقرمگی شکست رزین، پس از اضافه کردن پرکننده به آن را تقابل نوک ترک با فاز پراکنده می‌دانند. (۲۸-۳۰)

## References:

- 1-Rosa RS, Balbinot C, Blando E, Gonçalves E, Mota HMSO, Hirakata L, et al. Evaluation of mechanical properties on three nanofilled composites. *Stomatologija*. 2012;14(4):126-30.
- 2-Soo-Kyung J, Dong-Ae K, Hyo-Jin G, Hae-Hyoung L. Investigation of the correlation between the different mechanical properties of resin composites. *Dental materials journal*. 2013;32(1):48-57.
- 3-Zhang M, Matinlinna JP. The effect of resin matrix composition on mechanical properties of E-glass fiber-reinforced composite for dental use. *Journal of Adhesion Science and Technology*. 2011;25(19):2687-701.
- 4-Masouras K, Akhtar R, Watts DC, Silikas N. Effect of filler size and shape on local nanoindentation modulus of resin-composites. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. 2008;19(12):3561-6.
- 5-Foroutan F, Javadpou J, Atai M, Rezaie H. Mechanical properties of dental composite materials reinforced with micro and nano-size Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> filler particles. *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*. 2011;8(2):25-33.
- 6-Tanimoto Y, Nemoto K. Influence of particle size of fillers on frictional wear of dental composite resins. *Composite Interfaces*. 2004;11(1):15-24.
- 7-Mitsuhashi A, Hanaoka K, Teranaka T. Fracture toughness of resin-modified glass ionomer restorative materials: effect of powder/liquid ratio and powder particle size reduction on fracture toughness. *Dental Materials*. 2003;19(8):747-57.
- 8-Xu H, Quinn J, Giuseppetti A. Wear and mechanical properties of nano-silica-fused whisker composites. *Journal of dental research*. 2004;83(12):930-5.
- 9-Hosseinalipour M, Javadpour J, Rezaie H, Dadras T, Hayati AN. Investigation of Mechanical Properties of Experimental Bis-GMA/TEGDMA Dental Composite Resins Containing Various Mass Fractions of Silica Nanoparticles. *Journal of Prosthodontics*. 2010;19(2):112-7.
- 10-Masouras K, Silikas N, Watts DC. Correlation of filler content and elastic properties of resin-composites. *Dental Materials*. 2008;24(7):932-9.
- 11-E399-06 A. Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-strain Fracture Toughness of Metallic Materials. *Annual Book of ASTM Standards, Section 3, Volume 0301*. 2007:520-51.
- 12-Bolton S, Bon C. *Pharmaceutical statistics: practical and clinical applications*. Fourth, editor: CRC Press; 2009.
- 13-Imbeni V, Nalla R, Bosi C, Kinney J, Ritchie R. In vitro fracture toughness of human dentin. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2003;66(1):1-9.
- 14-Barghamadi H, Atai M, Imani M, Esfandeh M. Effects of nanoparticle size and content on mechanical properties of dental nanocomposites: experimental versus modeling. *Iranian Polymer Journal*. 2015;24(10):837-48.
- 15- Bressy C, Ngo VG, Ziarelli F, Margaillan A. New insights into the adsorption of 3-(trimethoxysilyl) propylmethacrylate on hydroxylated ZnO nanopowders. *Langmuir*. 2012;28(6):3290-7.
- 16-Xia Y, Zhang F, Xie H, Gu N. Nanoparticle-reinforced resin-based dental composites. *Journal of dentistry*. 2008;36(6):450-5.
- 17- Xiang Ling JI KJ. Tensile modulus of polymer nanocomposites. *Polymer engineering and science*. 2002;42(5):983-93.
- 18-Chen M-H, Chen C-R, Hsu S-H, Sun S-P, Su W-F. Low shrinkage light curable nanocomposite for dental restorative material. *Dental Materials*. 2006;22(2):138-45.
- 19-Mueller R, Kammler HK, Wegner K, Pratsinis SE. OH surface density of SiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub> by thermogravimetric analysis. *Langmuir*. 2003;19(1):160-5.
- 20-Mohsen N, Craig R. Effect of silanation of fillers on their dispersability by monomer systems. *Journal of oral rehabilitation*. 1995;22(3):183-9.
- 21-Cook WD, Johannson M. The influence of postcuring on the fracture properties of photo-cured dimethacrylate based dental composite resin. *Journal of biomedical materials research*. 1987;21(8):979-89.
- 22-Lewis G. Predictors of clinical wear of restorative dental composite materials. *Bio-medical materials and engineering*. 1993;3(3):167-74.
- 23-Landon G, Lewis G, Boden G. The influence of particle size on the tensile strength of particulate-filled polymers. *Journal of Materials Science*. 1977;12(8):1605-13.
- 24-Mallick PK, Broutman L.J. Mechanical and fracture behavior of glass bead filled epoxy composites. *Mater Sci*. 1975;18(1):63-73
- 25-Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *JOURNAL-AMERICAN DENTAL ASSOCIATION*. 2003;134(10):1382-90.
- 26-Kim K-H, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *The Journal of prosthetic dentistry*. 2002;87(6):642-9.
- 27-Marchan S, White D, Smith W, Coldero L, Dhuru V. Comparison of the mechanical properties of two nano-filled composite materials; Comparação das propriedades mecânicas de dois materiais nanocompósitos. *Rev clín pesq odontol(Impr)*. 2009;5(3):241-6.
- 28-Young R, Beaumont P. Failure of brittle polymers by slow crack growth. *Journal of Materials Science*. 1975;12(4):684-92.
- 29-Lange F. Fracture of brittle matrix, particulate composites. *Fracture and fatigue(A 75-24879 10-24)* New York, Academic Press, Inc, 1974. 1974:1-44.
- 30.Kendall K. Fracture of particulate filled polymers. *British Polymer Journal*. 1978;10(1):35-8.
- 31-Pukánszky B, Maurer FH. Composition dependence of the fracture toughness of heterogeneous polymer systems. *Polymer*. 1995;36(8):1617-25.