مقایسه میزان پلیمریزاسیون کامپوزیت‌های Filtek P90 و Z250 به روش DSC (مطالعه آزمایشگاهی)

دکتر سعید نعمتی انارکی [#۱] دکتر محمد علی صغیری [۲] دکتر رومینا حاجی عبدالوهاب [۳]

۱- استادیار بخش ترمیمی، واحد دندانپزشکی دانشگاه آزاد اسلامی تهران
۲- استادیار بخش مواد دندانی، واحد دندانپزشکی دانشگاه آزاد اسلامی تهران
۳- دندانپزشک

خلاصه:

سابقه و هدف: یکی از خواص مهم کامپوزیتها درجه پلیمریزاسیون آنها می‌باشد. بر اساس مطالعات انجام شده تنها ۷۵-۵۰٪ از این ماده پلیمریزه شده و مقادیر زیادی از پیوندهای دو گانه تبدیل نشده و یا ناقص باقی مانده است. در صورتیکه این پلیمریزاسیون به درستی انجام نشود، منجر به حلالیت بالا، جذب آب و نهایتاً شکست ترمیم خواهد شد. با توجه به سیلوران- بیس بودن کامپوزیت Filtek P90 و مطالعات کمی که در رابطه با میزان پلیمریزاسیون آن انجام شده است، در این تحقیق میزان پلیمریزاسیون دو کامپوزیت Filtek P90 و Z250 به روش(Differential Scanning Calorimetry) DSC ارزیابی شد.

مواد و روش ها: در این مطالعه تجربی ۱۰ عدد دیسک کامپوزیتی (هر گروه۵ نمونه) با ابعاد ۲ ۳ میلی متر در قالبهای استنلس استیل آماده شده و مطابق دستور سازنده با دستگاه لایت‌کیور LEDTurbo(Apoza,Japan) با شدت اشعهٔ ۹۵۰ میلی وات بر سانتی متر مربع به مدت ۲۰ ثانیه کیور شدند. قبل از انجام آزمونDSC ، نمونه‌ها درون محفظه‌هائی به دور از نور خورشید در دمای اتاق نگهداری شدند، سپس نمونه‌ها با دستگاهDSC (Perkin Elmer,Norwalk,CT,USA) مورد بررسی قرارگرفتند. نتایج بدست آمده با تست آماری من ویتنی مورد ارزیابی قرار گرفت.

یافته‌ها: درجه پلیمریزاسیون در کامپوزیت Filtek P90 و Z250 به ترتیب عبارت بود از (۵/۱± ۶۲/۵) و (۵/۳± ۷۱/۶) درصد بود. میزان پلیمریزاسیون کامپوزیت Z250 با اختلاف معناداری بیشتر از P90 بود (P < ۰/۰۵).

نتیجه‌گیری: کامپوزیت Z250 میزان پلیمریزاسیون بالاتری نسبت به کامپوزیت Filtek P90 داشت.

کلید واژه ها: رزین کامپوزیتی، سایلن، Filtek P90، Z250 ، پلیمریزاسیون

وصول مقاله: ۹۰/۲/۱۵ اصلاح نهایی: ۹۰/۴/۱۶ پذیرش مقاله: ۹۰/۵/۱۵

مقدمه:

پلیمریزاسیون ناکافی کامپوزیت‌ها، یکی از اصلی‌ترین دلایل شکست ترمیم‌های کامپوزیتی است. پلیمریزاسیون عبارت است از اتصال شیمیایی مونومرها برای تشکیل مولکولهای با وزن مولکولی سنگین. پلیمر شدن به وسیله‌ی رادیکال آزاد شروع کننده با سیستم دی اکسید آمین و تابش نور مرئی آغاز می‌گردد.[۱] بر اساس مطالعات انجام شده تنها ۷۵-۵۰٪ از این ماده پلیمریزه شده و مقادیر زیادی از پیوندهای دو گانه تبدیل نشده ویا ناقص باقی مانده است[۲] که تأثیر به سزایی بر خواص کامپوزیتها خواهد داشت. اولین بار Bowen در سال ۱۹۶۲، Bis-GMA مادهٔ رزینی که غالب ماتریکسهای کامپوزیت از آن تشکیل شده است را ابداع کرد و در زمینهٔ کامپوزیت دندانی و معایب آن تحقیقات وسیعی انجام داد.[۳] عوامل متعددی چون شدت کیورینگ، میزان و نوع فیلر موجود در کامپوزیت ها، رنگ کامپوزیت، مدت زمان کیورینگ و فاصلهٔ نوک دستگاه کیورینگ با کامپوزیت، در میزان پلیمریزاسیون مؤثرند و میزان پلیمریزاسیون رابطهٔ مستقیمی با خصوصیات فیزیکی و مکانیکی دارد. در صورتیکه این

نویسنده مسئول مکاتبات: دکتر سعید نعمتی انارکی،تهران- پاسداران - نیستان دهم - پلاک۴- دانشگاه آزاد اسلامی واحد دندانپزشکی بخش ترمیمی تلفن: ۲۲۵۶۴۵۷۱
Email:ssnemati@gmail.com

[Downloaded from jrds.ir on 2026-11-03]
[DOR: 20.1001.1.20084676.1390.8.3.6.9]

پلیمریزاسیون به درستی انجام نشود، پیامد آن حلالیت بالا، جذب آب و نهایتاً شکست ترمیم خواهد بود. [۱]

با توجه به اینکه Filtek P90 (3M ESPE, USA) ، کامپوزیتی با بیس متفاوت سایلوران است و جدیداً وارد بازار شده است، شرکت سازنده، انقباض پلیمریزاسیون کمتر از ۱٪ را گزارش می‌کند. [۴] ولی مطالعات مستقل کمی در مورد آن انجام شده است و اکثر مطالعات توسط روش (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) FTIR انجام گرفته است که این تکنیک میزان پلیمریزاسیون را به وسیله نشان دادن کاهش در جذب باند دوگانه کربن – کربن مونومرها نشان می‌دهد و میزان مونومرها را در یک واحد مشخص می‌کند نه کل نمونه. کالیبراسیون دستگاه مشکل بوده و به خصوص در مورد کامپوزیتهای دندانی غالباً به دلیل مشکلاتی در تهیه‌ی نمونه و تداخل به واسطه‌ی ترکیبات فیلر از کار باز داشته می‌شود. به علاوه ممکن است مشکلات مشابهی در تداخل جذب باندها به وجود بیاید که امکان دارد در سیستم‌های مونومری به خصوص افزایش پیدا کند. این مشکلات می‌تواند به وسیلهٔ تکنیک DSC(Differential Scanning Calorimetry) به میزان زیادی کاهش یابد. بر خلاف تکنیک‌های سنتی Calorimetry،تکنیک DSC دارای دقت بالاتری است و فقط کمیتهای میلی گرمی از ماده را نیاز دارد و بر خلاف FTIR که روش دقیقی نیست، [۱] این روش میزان حجم کلی مونومرهای باقیمانده را در کامپوزیت مشخص می‌کند و روش دقیق‌تری است. [۵]

به دلیل خلأ اطلاعاتی موجود در این زمینه، در این تحقیق به بررسی میزان پلیمریزاسیون کامپوزیت های Filtek P90 و Z250 پرداختیم.

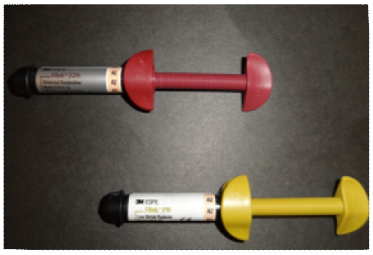
مواد و روش‌ها:

این تحقیق به صورت تجربی و بر روی مدل آزمایشگاهی انجام شد .

برای انجام این تحقیق از کامپوزیتهای Filtek P90 و Z250 استفاده شد. (شکل ۱)

۱۰عدد دیسک کامپوزیتی (هر گروه۵ نمونه) با ابعاد ۳ میلی‌متر ارتفاع و۲ میلی‌متر قطر در قالبهای طراحی شده مورد استفاده قرار گرفت. (شکل ۲)

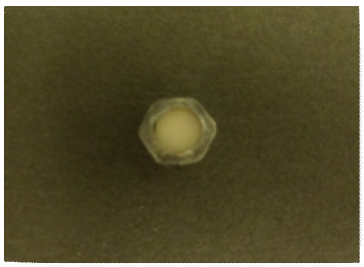
تعداد نمونه ها براساس مطالعات مشابه برآورد شد. [۳،۴] سپس از لحاظ وزنی با استفاده از ترازوی دقیق دیجیتالی همسان سازی شدند و مطابق دستور سازنده با دستگاه لایت‌کیور LEDTurbo(Apoza,Japan) با شدت اشعهٔ ۹۵۰ میلی وات بر سانتی متر مربع به مدت ۲۰ ثانیه از سطح فوقانی کیور شدند، به طوریکه زیر قالب یک صفحهٔ مشکی جاذب نور قرار داده شد تا از انعکاس نور جلوگیری کند. قبل از انجام آزمون DSC ، نمونه‌ها درون محفظه‌های در بسته تیره منیزیمی به دور از نور خورشید در دمای اتاق نگهداری شدند. نمونه‌ها با دستگاه (Perkin Elmer,Norwalk,CT,USA) DSC مورد بررسی قرارگرفتند. حرارت دستگاه تا ۲۸۰ و ۳۵۰ درجه سانتی گراد افزایش یافت و پیک‌های حرارتی موجود در آن اندازه گیری شد. بر اساس اختلاف پیک‌های ایجاد شده در طیف کامپیوتری و مقایسه آن با طیف استاندارد، میزان حرارت ناشی از پلیمریزاسیون منومرهای باقیمانده اندازه گیری شد. [۶] با توجه تبعیت داده‌ها از توزیع نرمال با استفاده از آزمون One-sample Kolmogorov-Smirnov برای error term مورد تائید قرار گرفت($P < ۰/۰۵$). همچنین فرض یکسانی واریانسها در دو گروه با استفاده از Leven's Test تائید شد ($P = ۰/۸۴۲$). بنابراین جهت مقایسه میزان DOC (Degree of Conversion) در دو گروه مورد مطالعه از آزمون من ویتنی استفاده شد.



شکل۱- کامپوزیت های Z250و Filtek p90

[Downloaded from jrds.ir on 2026-11-03]

[DOR: 20.1001.1.20084676.1390.8.3.6.9]



شکل۲- نحوه تهیه نمونه‌ها و قالب مورد استفاده

یافته‌ها:

تحقیق روی ۱۰ نمونه انجام شد. با استفاده از نمونه‌ی تهیه شده ی استاندارد CE مربوط به ماتریس کامپوزیتهای Filtek p90 وZ250، نمونه‌ها مورد ارزیابی انرژی پیوند قرار گرفته ودرصد و درجه پلیمریزاسیون کامپوزیتها ارزیابی شد. در گروه Filtek P90حداقل میزان پلیمریزاسیون۵۴/۱ درصد و حداکثر میزان پلیمریزاسیون ۶۷/۲ درصد بود. در گروه Z250 حداقل میزان پلیمریزاسیون ۶۵/۳ درصد و حداکثر میزان پلیمریزاسیون ۷۹/۳ درصد بود.

میانگین و انحراف معیار در جدول (۱) دیده می‌شود.

تفاوت میزان پلیمریزاسیون در دو گـروه Filtek P90 وZ250 از لحاظ آماری معنی دار بود ($p < ۰/۰۵$).

جدول۱- میانگین و انحراف معیار DOC در نمونه‌های گروه‌های Filtek p90 و Z250

گروه	تعداد	میانگین	انحراف معیار	P
Filtek P90	۵	۶۲/۵	۵/۱	۰/۰۲۵
Z 250	۵	۷۱/۶	۵/۳	

بحث:

در این مطالعه که به صورت تجربی و بر روی۱۰ نمونه از دو نوع کامپوزیت انجام شد، نتایج مؤید وجود اختلاف معنی دار بین میزان پلیمریزاسیون دو کامپوزیت Filtek p90 و Z250 بود و میزان پلیمریزاسیون کامپوزیت Z250 بیشتر از کامپوزیت Filtek p90 دیده شد.

اکثر مطالعات موجود در این زمینه با روش FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) انجام گرفته است که این تکنیک میزان پلیمریزاسیون را به وسیله نشان دادن کاهش در جذب باند دوگانه کربن–کربن مونومرها نشان می‌دهد و میزان مونومرها را در یک واحد مشخص می‌کند نه کل نمونه مورد بررسی. کالیبراسیون دستگاه مشکل بوده و در مورد کامپوزیتهای دندانی، غالباً به دلیل وجود مشکلاتی در تهیه‌ی نمونه‌ها و تداخل به واسطه‌ی ترکیبات فیلر از کار می‌افتد و نیز ممکن است مشکلات مشابهی در تداخل جذب باندها به وجود بیاید که می‌تواند به خصوص در سیستم‌های مونومری افزایش پیدا کند.[۵] این مشکلات می‌تواند به وسیلهٔ تکنیک DSC کاهش یابد بر خلاف تکنیک‌های سنتی کالریمتری، تکنیک DSC دارای دقت بیشتری است و فقط کمیت میلی گرمی از ماده را نیاز دارد و برخلاف FTIR که روش دقیقی نیست، این روش میزان حجم کلی مونومرهای باقیمانده را در کامپوزیت مشخص می‌کند و روش دقیق‌تری است.[۵]

Differential Scanning Calorimetry یا DSC

یک تکنیک آنالیز گرمایی است که مقدار متفاوتی گرما را که لازم است تا دمای نمونه و شاهد بالا رود را بررسی و اندازه گیری می‌کند. معمولاً برنامه دمایی برای آنالیز DSC طوری طراحی شده است که دمای نمونه نگهدار بر اساس تابعی از زمان به صورت خطی بالا می‌رود (C/min). شاهد باید ظرفیت حرارتی خوبی در محدودهٔ دمایی داشته باشد تا بتواند اسکن شود.[۷]

بنابراین کاربرد اصلی DSC در مطالعه تغییر فاز است. این تغییرات شامل تغییرات انرژی و یا ظرفیت گرمایی است که

[Downloaded from jrds.ir on 2026-11-03]

[DOR: 20.1001.1.20084676.1390.8.3.6.9]

می‌تواند به وسیلهٔ DSC با حساسیت بالایی نمایش داده شود.[۷] کامپوزیت خلفی Filtek P90 محتوی متاکریلات نبوده و بر اساس ترکیب شیمیایی Silorane ساخته شده است. این مونومرها با پلیمریزاسیون از نوع ring-opening باعث انقباض پلیمریزاسیون کمتر از ۱٪ می‌شوند.[۴]

نام Silorane بر اساس بلوک ساختار شیمیایی آن که از Siloxaneو Oxirane تشکیل شده، انتخاب شده است.

سایلوکسان‌ها به خاطر آب گریز بودن و کاربرد در صنعت و پلیمرهای اکسیران، به خاطر انقباض کم و ثبات زیادی که در مقابل نیروهای فیزیکی و فیزیکی – شیمیایی دارند شناخته می‌شوند.[۴] ترکیب این دوساختار سایلوکسان و اکسیران باعث سازگاری با حیات، آب گریز بودن و انقباض کم کامپوزیت خلفی با بیس سایلوران شده است.[۴]

پلیمرها گروهی از مولکول‌ها هستند که متشکل از واحدهای تکرار شونده می‌باشند که با یکدیگر باند می‌شوند. این باندها معمولاً کربن‌های دوگانه C=C می‌باشند که به باندهای یگانه کربن تبدیل می‌شوند. مونومرهای با چندین باند دوگانه می‌توانند به صورت متقاطع با یکدیگر باند شوند که منجر به بهبود خواص فیزیکی مکانیکی آنها می‌شوند.[۱]

شروع این واکنش با یک رادیکال آزاد (الکترون منفرد) می‌باشد که بسیار فعال است. وقتی این رادیکال آزاد به باند دوگانه مونومر حمله ور می‌شود، با یک الکترون در این باند جفت شده و دیگری را به صورت رادیکال آزاد به جا می‌گذارد که این خود واکنش را پیش می‌برد. به طور ایده آل این واکنش تا تبدیل همه مونومرها به پلیمر ادامه می‌یابد و میزانی که هر مونومر تبدیل به پلیمر می‌شود را درجه پلیمریزاسیون آن می‌نامند.[۱،۸] در مونومرهای متاکریلات دو باند دوگانه کربن-کربن که Dimethacrylate نامیده می‌شوند باز شده و مونومرها تبدیل به پلیمر می‌شوند و اجازه ایجاد crosslink یا پیوندهای متقاطع را نیز می‌دهند. همزمان انقباض نیز ایجاد می‌شود.[۳،۹]

از طرفی کامپوزیت‌های با بیس سایلوران که به وسیله واکنش‌های کاتیونی Ring opening پلیمریزه می‌شوند، پلیمریزاسیون انقباضی کمتر از ۱٪ را گزارش کردند.[۱]

با حمله رادیکال‌های آزاد و شروع پلیمریزاسیون در نقاط مختلفی از ماده هسته‌های اولیه فرم نسبتاً سختی به خود می گیرند که این مرحله را به نام Gel like point می‌نامند. ادامه این واکنش در اطراف این هسته‌ها باعث اتصال نواحی مختلف به یکدیگر شده تا مرحله پایانی پلیمریزاسیون انجام شده باشد.[۱۰] به نظر می‌رسد اگر در میان این نقاط نواحی از مونومرهای واکنش نیافته به دام افتند قادر به شرکت در زنجیره کلی پلیمریزاسیون نبوده که توجیه کننده مونومر آزاد در ماده است. در مورد واکنش‌های ساده زنجیری و متقاطع این نقاط به نظر کمتر از واکنش‌های Ring opening می‌باشند که این مسئله می‌تواند توجیه کننده میزان کمتر پلیمریزه شدن P90 باشد. از طرفی واکنش پلیمریزاسیون یک واکنش گرمازاست که هر چه دمای ماده بالاتر رود، نقاط ژل سریعتر سخت شده می‌توانند مونومرهای آزاد بیشتری را به دام اندازند.[۹]

واکنش‌های کاتیونیک Ring opening توسط عوامل فتوشیمیایی نظیر کامفورکینون که توسط نور فعال می‌شوند آغاز شده، با دهنده‌های الکترونی (نظیر نمک‌های ید) واکنش داده و کاتیون‌های فعال ایجاد می نمایند که به عنوان مراکز فعال، پلیمریزاسیون را آغاز می‌کنند.

واکنش‌های پلیمریزاسیون Ring opening توسط واسطه‌های کاتیونی پیش رفته و این واسطه‌ها نیز به نوبه خود با پلیمرهای دیگر اکسیران واکنش داده، باعث باز شدن حلقه‌های آنها می‌شوند.

این حلقه‌های باز شده به نوبه خود باعث تعادل در فضای بین مولکولی می شود. به عبارتی این حلقه‌های باز شده توسط پیوندهای کووالانت کوتاه تری به هم متصل می‌شوند و از نظر فضایی انقباض را جبران می‌نمایند. اگرچه کارخانه سازنده زمان مشابه Curing را برای این نوع کامپوزیت توصیه می‌کند، مطالعات نشان داده که در صورت استفاده از دستگاه‌های LEDبا خروجی ۵۰۰-۱۰۰۰ میلی وات بر سانتی متر مربع مشابه آنچه در مطالعه حاضر استفاده شد) نیاز به افزایش زمان

[Downloaded from jrds.ir on 2026-11-03]

[DOR: 20.1001.1.20084676.1390.8.3.6.9]

تا ۴۰ ثانیه را خواهند داشت که می‌تواند دلیل دیگری بر توجیه نتایج حاصل از مطالعه حاضر باشد. [۹،۱۱]

از طرفی استفاده از دستگاه‌های Turbo می‌تواند با ایجاد نقاط فوکوس و تمرکز مرکزی و به اصطلاح Hot spot باعث سخت شدن زودهنگام این نقاط شده، امکان پلیمریزاسیون بعدی را کاهش دهد. [۱۲]

با توجه به محدودیت‌های این مطالعه آزمایشگاهی نتایج این مطالعه نشان داد:

دو نوع کامپوزیت Filtek P90 و Z250 میزان پلیمریزاسیون متفاوتی دارند و این تفاوت معنی دار است و نشان می دهد که میزان پلیمریزاسیون کامپوزیت Z250 نسبت بهFiltek P90 بیشتر است.

انجام مطالعات بیشتر در مورد خواص فیزیکی و شیمیایی این دو نوع کامپوزیت شامل بررسی ریز نشت پیشنهاد می‌گردد.

[Downloaded from jrds.ir on 2026-11-03]

[DOR: 20.1001.1.20084676.1390.8.3.6.9]

References:

1. Graig RG, Powers JM. Restorative dental materials. 12th ed. USA: Mosby, 2006; 149-59.

2. Cook WD, Beech DR, Tyas MJ. Resin- Based Restorative Materials- A Review . Aust Dent J. 1984; 29: 291-95.

3. Summitt JB, Robbins JW, Hilton TJ, Schwartz RS. Fundamentals of Operative Dentistry. 3rd ed USA: Quintessence, 2006; 183-262.

4. Viehbeck A. Filtek p90 Low Shrink Posterior Restorative. Manual for Use 3M ESPE USA. 2009.

5. Hayakawa T, Takahashi K, Kikutake K, Yokota I, Nemoto K. Analysis of Polymerization Behavior of Dental Dimethacrylate Mmonomers By Differential Sscanning Calorimetry. J Oral Sci. 1999 Mar;41(1):9-13

6. Wan Q, Ramsey C, Baran G. Thermal Pretreatment of Silica Composite Filler Materials. j Therm Anal Colorim. 2010 Jan;99(1):237-243.

7. Brydson JA. Plastics materials. 7th ed. England:Oxford Butterworth- Heinemman; 1999.

8. Skoog, Douglas A, Holler FJ, Nieman T. Principles of Istrumental Analysis . 6th ed. New York; 2006; 805-8 .

9. Albers HF. Tooth Colored Restoratives Principles & Techniques. 9th ed.Ontario- Canada:BC Decken inc,2002;ch 1.

10. Anusavice KJ. Philip's science of dental materials. 11th ed. Missouri: Saunders Elsevier. 2003; 143-69.

11. Lien W, Vandewalle KS. . Physical Properties Of New Silorane Base Restorative System. Dent Mater. 2010 Apr;26(4):337-44. Epub 2010 Jan 6.

12. Stefan-Dogar D, Vandewalle KS.Photocurability Of New Silorane-Based Restorative Material. Gen Dent. 2010 Nov-Dec;58(6):495-502; quiz 503-4.

[Downloaded from jrds.ir on 2026-11-03]

[DOR: 20.1001.1.20084676.1390.8.3.6.9]

[Downloaded from jrds.ir on 2026-11-03]

[DOR: 20.1001.1.20084676.1390.8.3.6.9]