



بررسی تاثیر نانوذرات هیدروکسی آپاتیت و آلومینا بر رفتار چقرمگی شکست کامپوزیت‌های دندانی و استخوانی پایه پلیمری

محمد رضا محمدعلیها^{۱*}، عاطفه موسوی^۲، نبی مهری خوانساری^۳، مجید صفرآبادی^۴

۱- استادیار، مرکز تحقیقات جوش و اتصال، دانشکده مهندسی صنایع، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

۲- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی پزشکی دانشگاه آزاد اسلامی واحد علوم و تحقیقات، تهران

۳- کارشناس ارشد مهندسی مکانیک، دانشکده علوم و فنون نوین دانشگاه تهران، تهران

۴- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشکده فنی دانشگاه تهران، تهران

*مردمان، صندوق پستی ۱۳۱۱۴-۱۶۸۴۶، mrm_aliha@iust.ac.ir

چکیده	اطلاعات مقاله
استفاده از کامپوزیت‌های دندانی و استخوانی پایه پلیمری از جنس پلی متیل متا اکریلات به سبب سازگاری مناسب بیولوژیکی با بدن و استحکام نسبتا خوب، وزن کم و قیمت پایین در کاربردهای بیومکانیکی و پزشکی به عنوان پروتز و یا برای جایگزینی و ترمیم استخوان ها و دندان‌های آسیب دیده کاربرد فراوانی یافته است. یکی از نقاط ضعف این مواد، چقرمگی شکست نسبتا کم و مقاومت پایین در برابر رشد ترک در مقایسه با ماده دندانی و استخوانی می‌باشد که این امر می‌تواند نهایتا منجر به بروز و رشد ترک از محل فصل مشترک کامپوزیت - دندان و یا از داخل ماده کامپوزیت دندانی و پروتزهای جایگزین یا ترمیمی دندانی - استخوانی شود. استفاده از نانو موادی نظیر هیدروکسی آپاتیت و آلومینا برای مقاوم سازی این کامپوزیت‌های دندانی - استخوانی گزینه مناسبی می‌باشد. در این پژوهش، اثر افزودن درصد‌های مختلفی از نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت و آلومینا بر مقدار چقرمگی شکست (مود I) ماده کامپوزیت پروتز دندانی پایه پلیمری پلی متیل متا اکریلات (PMMA) با انجام آزمایش‌های شکست مورد بررسی قرار می‌گیرد. نشان داده می‌شود که چقرمگی شکست ماده PMMA، با افزودن نانوذرات فوق تا حدودی باعث بهبود مقاومت در برابر رشد ترک می‌شود. البته اثر نانو ذرات آلومینا در افزایش چقرمگی شکست PMMA از هیدروکسی آپاتیت بیشتر می‌باشد. بیشترین افزایش چقرمگی شکست مربوط به ماده کامپوزیت دندانی حاوی ۱۰ درصد هیدروکسی آپاتیت و ۶ درصد آلومینا است.	دریافت: ۹۴/۲/۱۹ پذیرش: ۹۴/۴/۲
	کلیدواژگان: کامپوزیت دندانی هیدروکسی آپاتیت آلومینا چقرمگی شکست مطالعه آزمایشگاهی

Effects of alumina and hydroxyapatite nanoparticles on fracture toughness of PMMA based dental composite

Mohammad reza Mohammad aliha^{1*}, Atefeh Moosavi², Nabi Mehri Khansari³, Majid Safarabadi⁴

1- Welding and Joining Research Center, School of Industrial Engineering, Iran University of Science and Technology (IUST), Tehran, Iran.

2- Department of Biomedical Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

3- Department of Aerospace Engineering, Department of New Sciences and Technologies, University of Tehran, Tehran, Iran.

4- Department of Mechanical Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

* P.O.B. 16846-13114, Tehran, Iran, mrm_aliha@iust.ac.ir

Keywords

Dental composite
 Hydroxyapatite
 Alumina
 Fracture toughness
 Experimental study

Abstract

Polymethylmethacrylate (PMMA) based dental and bone composites are used frequently in biomedical applications as implants, bone cements, restorative materials and etc. This is mainly because of some characteristics of PMMA such as biocompatibility, good mechanical properties and its low cost. However, in comparison with bone and dentin, PMMA based dentures or implants have lesser fracture toughness (i.e. smaller crack growth resistance) which makes them very susceptible to brittle and sudden failures. The use of nano additive materials like hydroxyapatite and alumina as filler particles may probably increase the crack growth resistance of such composites. Hence in this research the effects of adding different weight percentages of these two nano particles are examined on mode I fracture toughness of PMMA based denture composites. The experimental fracture toughness results demonstrated that the fracture resistances of manufactured nano-composites are increased in general relative to neat PMMA. The influence of alumina was more pronounced than the use of hydroxyapatite particle. The highest increase in fracture toughness was observed for composite containing 10% hydroxyapatite and 6% alumina.

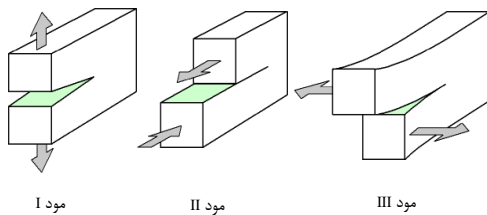
Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

Mohammad aliha, M. Moosavi, A. Mehri Khansari, N. and Safarabadi, M., "Effects of alumina and hydroxyapatite nanoparticles on fracture toughness of PMMA based dental composite", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 2, No. 2, pp. 9-16, 2015.

۱- مقدمه

نسبت به هم فقط باز می شوند. اما در موده‌های II و III بارگذاری که موده‌های برشی و پارگی می باشند، لبه های ترک بدون هیچ بازشدگی نسبت به هم، به ترتیب در صفحه ترک و خارج از صفحه ترک دچار لغزش می گردند (شکل ۱). بر اساس مبانی مکانیک شکست، تنشهای اطراف نوک ترک به صورت یک بسط سری بینهایت جمله بیان می شود که اولین جمله آن به صورت تکین و مابقی جملات به صورت غیر تکین هستند. بنابراین جمله اول بیشترین و مهمترین تاثیر را در رفتار شکست سازه های ترکدار ایفا می نماید و آنرا معمولا بر حسب ضرایب شدت تنش موده‌های I، II، و III بارگذاری ($K_{I, K_{II}, K_{III}}$) بیان می نمایند. در شرایط بحرانی بارگذاری، وقتی که مقدار تنشهای نوک ترک به شرایط بحرانی نزدیک می شود، مقدار ضرایب شدت تنش نیز به حداکثر خود می رسد و چنانچه مقدار آنها بیش از میزان مقاومت قابل تحمل ماده مورد نظر باشد شکست قطعه اتفاق خواهد افتاد.



شکل ۱ موده‌های بارگذاری قطعات ترکدار

در نتیجه لازم است که در کاربردهای عملی میزان مقاومت شکست و رشد ترک مواد ترکداری نظیر کامپوزیت‌های دندانی و استخوانی بر اساس معیارهای مکانیک شکست مورد بررسی بیشتر قرار گرفته تا به کامپوزیت‌هایی مقاومتر و با استحکام بیشتر دست یافت. چقرمگی شکست (یا ضریب شدت تنش بحرانی)، که یک خاصیت ذاتی ماده می باشد و مقدار استحکام ماده ترکدار در برابر شکست و رشد ترک را نشان می دهد، اصلی ترین پارامتر جهت بررسی رفتار شکست قطعات ترکدار می باشد. این پارامتر با استفاده از قطعات مناسب آزمایشگاهی و استانداردهای تدوین شده در این خصوص به طریق تجربی و آزمایشگاهی برای مواد مختلف و از جمله کامپوزیتها و پروتزهای دندانی به دست می آید. به عنوان مثال، قطعاتی نظیر نمونه مستطیل شکل با ترک لبه‌ای و تحت بار خمش سه یا چهار نقطه‌ای [۶، ۷]، قطعه کششی- برشی فشرده مستطیل و دایره‌ای [۸، ۹] و قطعه دیسک برزلی تحت بار فشاری قطری [۱۰، ۱۱] از جمله نمونه هایی می باشند که برای آزمایش چقرمگی شکست مواد ترد و شبه تردی نظیر کامپوزیت های دندانی - استخوانی با پایه پلیمری استفاده شده است.

در ادامه به برخی از تحقیقات قبلی انجام شده در این زمینه اشاره مختصری می گردد. سوماسو و همکارانش [۱۲] تاثیر افزودن درصد‌های مختلف وزنی PMMA را بر هیدروکسی آپاتیت جهت جایگزینی و یا ترمیمی استخوان توسط قطعه کششی- برشی فشرده مستطیلی مورد مطالعه قرار دادند و نشان دادند که میانگین چقرمگی شکست در نمونه هایی که خلل و فرج های هیدروکسی آپاتیت در آن توسط PMMA پر شده بود نسبت به هیدروکسی آپاتیت خالص حدود ۵۰ درصد افزایش یافته است.

در مطالعه‌ای دیگر [۱۳] بوسیله انجام آزمایش شکست نمونه استاندارد خمش سه نقطه‌ای چنین گزارش شده است که اضافه کردن فیلر هیدروکسی آپاتیت به پلی متیل متا اکریلات باعث افزایش چقرمگی شکست می گردد. الاکوا و همکاران [۱۴] به مطالعه تاثیر افزودن مقادیر مختلف اکسید آلومینا (۵ تا ۲۰ درصد وزنی)، بر استحکام خمشی و ضریب انتقال حرارتی کامپوزیت

در کاربردهای پزشکی، ارتوپدی و بیومکانیکی، از چند دهه قبل استفاده از مواد پرکننده دندانی و استخوانی مناسب جهت تقویت و ترمیم نقایص استخوانی و شکستگی‌ها و نیز پر کردن جاهای خالی نظیر دندانهای پوسیده و صدمات وارده به مجسمه و فک و همچنین ساخت پروتزهای گوناگون، گسترش یافته است.

یکی از پرکاربردترین این مواد بیو سرامیکهای هیدروکسی آپاتیت (HAP) با فرمول شیمیایی $Ca_5(PO_4)_3OH$ می باشد که به دلیل پایداری خوب در محلول آبی، تشابه زیاد با جزء مینرالی و فاز معدنی استخوان و در نتیجه قابلیت برقراری پیوند با استخوان و نیز زیست سازگاری مناسب آن در داخل بدن، به عنوان جایگزین استخوان و دندان انتخاب شده است. به عبارت دیگر خواص بیو اکتیویته (توانایی برقراری پیوند مستقیم شیمیایی با سلولهای بدن) و استئو کانداکتیوی (قابلیت هدایت رشد استخوانی و بازسازی استخوان از دست رفته) باعث استفاده روزافزون از این ماده در کاربردهای ترمیم استخوان و ارتوپدی و جراحی شده است [۱].

اما به دلیل استحکام پایین هیدروکسی آپاتیت امکان استفاده از آن به تنهایی و برای تحمل بار مکانیکی و در موضعی که مستقیما در معرض بار قرار داشته باشند، مناسب نیست. همچنین هیدروکسی آپاتیت به رشد ترک حساس می باشد. بنابراین در کاربردهای عملی استفاده از این مواد بایستی در کنار مواد با استحکام تر نظیر رزینهای اکریلیک همراه باشد. به عنوان مثال، برای ساخت پروتزهای دندانی، رزین های اکریلیک مونو یا پلی متیل متاکریلات با نام تجاری (PMMA) یکی از شناخته شده ترین و پرکاربردترین مواد برای فاز زمینه کامپوزیت دندانی می باشد.

استفاده از این رزین به علت سازگاری مناسب بیولوژیکی با محیط بدن انسان وزن کم و قیمت پایین و قابلیت تعیین رنگ پروتز دندان، به تدریج جایگزین مواد قدیمی تر این اعضای مصنوعی شده است. البته این رزینها نیز در مقایسه با ماده استخوان و دندان و نیز سایر ایمپلنتها و پروتزهای فلزی دارای تردی بیشتر و استحکام کمتر می باشد. به طوریکه همین عامل در بسیاری از موارد باعث شکستن پروتز دندانی تنها پس از گذشت مدت کوتاهی (حدود سه سال) از زمان استفاده از آن می گردد [۲] که این موضوع اصلا خوشایند افراد استفاده کننده از آن نمی باشد.

در سالهای اخیر روشهای مختلفی برای بهبود خواص مکانیکی و استحکامی PMMA استفاده شده است که از آن جمله می توان به ترکیب کامپوزیتی این ماده پلیمری با فازهای تقویتی مختلفی نظیر لاستیک، فنر یا سیم فلزی و یا سایر الیاف تقویتی نام برد [۳، ۴]. اما استفاده از تقویت کننده های فاز فلزی در ساختار PMMA باعث بروز مشکلاتی نظیر عدم چسبندگی مناسب با رزین و یا خوردگی فلز و یا ایجاد تمرکز تنش در محل اتصال فلز با رزین می گردد و در نتیجه کاربرد آنها را در ترکیب کامپوزیت پروتز دندانی محدود می نماید [۵]. با وجود این، استفاده از بیوسرامیکهایی نظیر هیدروکسی آپاتیت و آلومینا با ذراتی در مقیاس نانو به عنوان فاز تقویت کننده‌ی پروتزهای دندانی، می تواند گزینه مناسبتری باشد.

یکی از نقاط ضعف پروتزهای دندانی فعلی چقرمگی شکست نسبتا پایین این مواد است که در برخی از موارد باعث شکست ناگهانی و ترد پروتزهای دندانی به واسطه رشد ترک ناشی از اعمال بارهای مکانیکی به آنها در حین عمر سرویس دهی می گردد. بسته به نوع بارگذاری اعمالی به یک قطعه ترکدار، لبه های ترک به سه شیوه یا مود مختلف می توانند دچار تغییر فرم گردند. در مود کششی یا مود I بارگذاری لبه های ترک بدون هیچ لغزشی

در این روش از دستگاه میکسر تحت خلاء مدل (Whip Mix-model F) که ساخت کشور آمریکا بوده و توسط یک تیغه که با سرعت زیادی در یک مخزن می‌چرخد برای عمل آسیا کاری استفاده می‌شود. برای تولید هر ترکیب مورد نظر از نانوکامپوزیتها در ابتدا نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت با درصد وزنی مشخص به همراه پودر مونومر متیل اکریلات در دستگاه میکسر مخلوط شده و پس از آن نانوذرات آلومینا به مخلوط این پودرها اضافه شده و اختلاط نهایی پودرها به صورت مکانیکی در میکسر انجام می‌گیرد. در جدول ۱ نام تجاری، مشخصات ماده و تولیدکننده پودرهای مورد استفاده در ساخت نانو کامپوزیت‌های این تحقیق معرفی شده است.

جدول ۱ مشخصات پودرهای مصرفی در ساخت نانو کامپوزیت‌های این تحقیق		
ماده	مشخصات	نام تجاری/تولید کننده
پلی متیل متا اکریلات	پودر: متیل متا اکریلات مایع: مونومر متیل متا اکریلات، کاتالیست	صنایع دارویی آکروپارس مالک، ایران
نانو هیدروکسی آپاتیت	درجه خلوص ۹۸ درصد و متوسط اندازه دانه ۳۰ نانومتر	شرکت Merck آلمان شماره محصول ۲۱۹۶
نانو آلومینا	نوع آلفا با خلوص ۹۹.۷ درصد و متوسط اندازه دانه ۸۰ نانومتر	تولید کشور چین

پودر متیل متا اکریلات و پودر نانو آلومینا با درصدهای وزنی ۰، ۳، ۶ و ۸ درصد و پودر نانو هیدروکسی آپاتیت با درصدهای وزنی ۵ و ۱۰ درصد درون میکسر قرار داده شد. آسیاکاری و اختلاط به مدت ۱۰ دقیقه و با فرکانس ۲۰ هرتز انجام گرفت. جهت دستیابی به مخلوط همگن تر و جلوگیری از آگلومره شدن ذرات، انتخاب زمان و فرکانس به صورت تجربی صورت پذیرفت تا نحوه اختلاط مناسب اجزا بدست آید. پس از این اختلاط، نسبت مشابهی از اجزای جامد/ مایع (با نسبت ۵ به ۳/۵) برای آماده سازی نمونه‌ها استفاده شد. مخلوط پودرهای متیل متا اکریلات و نانو آلومینا و نانو هیدروکسی آپاتیت، به عنوان بخش جامد و مونومر پلی‌متیل‌متا اکریلات و کاتالیست به عنوان بخش مایع در نظر گرفته شدند. برای تولید نمونه‌های نانوکامپوزیتی، مخلوط پودر متیل متا اکریلات و نانو ذرات آسیا کاری شده مطابق دستور العمل شرکت سازنده با مایع متیل متا اکریلات مخلوط گردید، که این کار در دمای محیط و به صورت مکانیکی و با استفاده از یک دستگاه مخلوط کن مکانیکی کوچک انجام شد.



شکل ۲ قالب تزریق ساخته شده برای تولید نمونه‌های آزمایشگاهی به همراه یکی از قطعات کامپوزیتی ساخته شده

پس از رسیدن به مرحله خمیری، خمیر بدست آمده داخل قالب قرار داده شد. پس از رسیدن به مرحله خمیری و پس از گذشت ۲ تا ۵ دقیقه (بسته

حاصله پرداختند. نتیجه تحقیق آنها افزایش استحکام خمشی و ضریب انتقال حرارت رزین اکریلیک با افزایش Al_2O_3 بود که این مورد برای ترمیم‌های استخوانی و دندانی حائز اهمیت می‌باشد.

موسی و همکاران [۱۵] تاثیر اضافه کردن فاز تقویتی $AW-GC^1$ در درصد‌های وزنی ۵۰ و ۷۰ بر مواد پایه پلیمری PMMA را مورد بررسی قرار دادند و مشخصات مکانیکی و استحکامی مختلفی نظیر مقاومت خمشی و فشاری، مدول الاستیسیته، استحکام کششی و چقرمگی شکست و نیز میزان زیست سازگاری استخوان تیبیا را با سیمان استخوانی این کامپوزیت مورد مطالعه و مقایسه قرار دادند. در کار تحقیقاتی انجام شده توسط مرشد خاندکر و همکاران [۱۶] با افزودن نانو ذرات اکسید منیزیم، هیدروکسی آپاتیت، چیتوزان، سولفات باریم و سیلیکا بر PMMA به بررسی تاثیرات این افزودنیها بر مشخصات مکانیکی و دمای کامپوزیت‌های حاصله پرداخته شده است. آنها دریافتند که ترکیب PMMA با سیلیکا نسبت به بقیه افزودنی‌ها دارای استحکام خمشی و چقرمگی شکست بالاتری می‌باشد. که این نتیجه در جهت بهبود عملکرد ایمپلنت‌ها و پروتزهای استخوانی و دندانی می‌تواند بسیار قابل توجه باشد. مباحثی و همکاران [۱۷] نیز به بررسی افزودن پودر اکسید زیرکونیوم-آلومینا بر نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت در دو درصد وزنی ۱۵٪ و ۳۰٪ زیرکونیوم-آلومینا بر استحکام خمشی و چقرمگی شکست کامپوزیت حاصله پرداخته‌اند. نتیجه تحقیق آنها بهبود استحکام خمشی و چقرمگی شکست کامپوزیت دارای ۱۵ درصد زیرکونیوم-آلومینا و کاهش هردو پارامتر استحکام خمشی و چقرمگی شکست در کامپوزیت با ترکیب ۳۰ درصد زیرکونیوم-آلومینا گزارش شده است. تاثیر افزودن گلس فلیک توسط فرانکلین و همکاران [۱۸] در سه درصد وزنی ۵ و ۱۰ و ۲۰ بر چقرمگی شکست رزین اکریلیک (PMMA) که ماده پایه‌ای پروتزها هستند بوسیله قطعه ترکدار لبه ای و تحت بار پیچش دو طرفه مورد ارزیابی قرار گرفت. بر اساس نتایج این تحقیق، بیشترین تاثیر در افزایش چقرمگی شکست نسبت به حالت کنترل (یعنی PMMA خالص) در نمونه‌های دارای ۵ درصد گلس فلیک (و به میزان ۶۹ درصد افزایش) گزارش شده است. الحداد و نیز همکاران [۱۹] تاثیر درصدهای مختلف مواد بایو اکتیو نظیر گلوکزیدین و فلوکونازول بر چقرمگی شکست پروتزهای با پایه رزین اکریلیک را به روش تجربی مورد بررسی قرار دادند و به این نتیجه رسیدند که فلوکونازول هیچ تاثیری بر چقرمگی شکست رزین نداشته اما افزودن کلروهگزین حتی باعث کم شدن چقرمگی شکست می‌گردد.

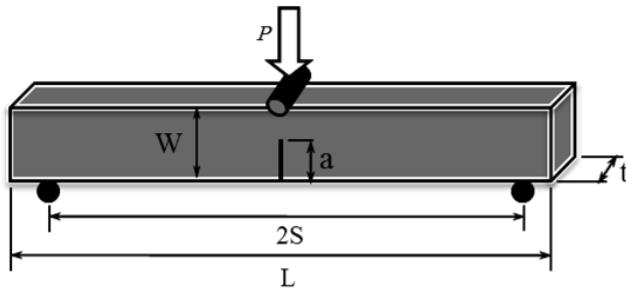
در این مقاله چقرمگی شکست کامپوزیت‌های پروتز دندانی پایه پلیمری تقویت شده همزمان با دو نانو ذره هیدروکسی آپاتیت و پودر نانو آلومینا با استفاده از انجام آزمایشهای شکست بطریق تجربی بررسی می‌گردد و نشان داده می‌شود که افزودن درصدهای مختلفی از هیدروکسی آپاتیت و پودر آلومینا می‌تواند به طور کلی باعث افزایش نسبی چقرمگی شکست کامپوزیت دندانی نسبت به ماده خالص PMMA گردد. در ادامه نحوه آماده سازی نمونه‌های آزمایشگاهی از جنس کامپوزیت‌های مختلف پروتز دندانی جهت انجام آزمایش چقرمگی شکست شرح داده می‌شود.

۲- آماده‌سازی و ساخت کامپوزیت‌های پروتز دندانی

به منظور تهیه نمونه‌ها و بدست آوردن توزیع یکنواخت از نانوذرات هیدروکسی آپاتیت و آلومینا در زمینه پلیمری (پودر متیل متا اکریلات) و کاهش میزان کلوخه‌ای شدن، روش آسیاکاری به کار گرفته شد.

1. Apatite Wollastonite - Glass Ceramic

نتایج چقرمگی شکست کامپوزیتهای مورد نظر بدست آید. شکل ۴ بارگذاری یکی از نمونه های کامپوزیتی آزمایش شده را نشان می دهد.



شکل ۳ نمای شماتیکی از هندسه و بارگذاری قطعه خمش سه

نقطه ای بررسی شده



شکل ۴ بارگذاری یکی از قطعات کامپوزیتی ترک دار در داخل

دستگاه تست خمش سه نقطه ای

با استفاده از بار بحرانی متناظر با لحظه شکست هر نمونه (F_c)، مقدار چقرمگی شکست K_{Ic} نمونه های کامپوزیت دندانی از رابطه ی (۱) محاسبه می گردد [۲۴].

$$K_{Ic} = f(a/W) \frac{F_c}{t\sqrt{W}} \quad (1)$$

که در آن $f(a/W)$ ضریب هندسی می باشد که به نوع قطعه و بارگذاری اعمالی به آن وابسته است. این ضریب با مدلسازی المان محدود قطعه آزمایش شده، برای شرایط $a/W=0.5$, $S/W=3.3$ محاسبه گردید. شکل ۵ مدل المان محدود این قطعه که با تعداد ۶۲۰ المان دو بعدی کرنش صفحه ای در نرم افزار آباکوس ساخته شده است را نشان می دهد. در مدلسازی این نمونه، برای تعریف ترک از المانهای تکین استفاده شد. این المان مخصوص که نمای شماتیکی از آن در شکل ۶ مشاهده می گردد برای در نظر گرفتن حالت تکینگی تنش/کرنش در نوک ترک گره های میانی را به فاصله یک چهارم از نوک ترک منتقل می نماید. ضمناً شکل المان در نوک ترک از حالت مستطیلی به مثلثی تغییر میکند تا فاصله این گره ها از یکدیگر برابر صفر شده و در نتیجه تمامی گره های نوک ترک در یک نقطه قرار بگیرند. با در نظر گرفتن خواص مکانیکی $E = 2670 \text{ MPa}$, $\nu = 0.3$ برای ماده پایه PMMA و اعمال نیروی واحد 10 N به مدل و اعمال شرایط مرزی، مقدار ضریب شدت

به نوع نمونه، خمیر درون قالب قرار داده شده و با استفاده از قالب گیری فشاری، نمونه ها قالب گیری شدند. پس از ۱۵ الی ۲۰ دقیقه خمیر سخت شده و نمونه ها از دورن قالب خارج شدند. پس از خارج کردن نمونه ها، برای از بین بردن گوشه های تیز و پرداخت سطوح، کلیه نمونه ها با دستگاه مخصوص پولیش شدند. شکل ۲ نمونه ای از قالب ساخته شده و نمونه ای از قطعات کامپوزیتی تولید شده به این روش را نشان می دهد.

بدین ترتیب تعداد زیادی نمونه مستطیلی شکل با ابعاد $50 \times 6 \times 4$ میلیمتر و با درصد های وزنی مختلفی از نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت و آلومینا ساخته شد. جدول ۲ درصد ترکیب هر دسته از مواد تولید شده را نشان می دهد.

جدول ۲ درصد ترکیب هر دسته از مواد تولید شد

ردیف	ماده کامپوزیتی	درصد وزنی		
		(Al ₂ O ₃)	(HAP)	(PMMA)
۱	PMMA	۰	۰	۱۰۰
۲	PMMA+5HAP	۰	۵	۹۵
۳	PMMA+10HAP	۰	۱۰	۹۰
۴	PMMA+5HAP+3Al ₂ O ₃	۳	۵	۹۲
۵	PMMA+5HAP+6 Al ₂ O ₃	۶	۵	۸۹
۶	PMMA+5HAP+ Al ₂ O ₃	۸	۵	۸۷
۷	PMMA+10HAP+3 Al ₂ O ₃	۳	۱۰	۸۷
۸	PMMA+10HAP+6 Al ₂ O ₃	۶	۱۰	۸۴
۹	PMMA+10HAP+8 Al ₂ O ₃	۸	۱۰	۸۲

۳- آزمایش چقرمگی شکست

شکل ۳ نحوه بارگذاری قطعات کامپوزیتی ساخته شده برای تعیین چقرمگی شکست را به صورت شماتیک نشان می دهد که در آن یک قطعه مستطیلی با ترک لبه ای (به طول a) تحت بار خمش سه نقطه ای متقارن با فاصله تکیه گاهی $2S$ قرار گرفته است. پیش از انجام آزمایش چقرمگی شکست جهت ایجاد ترک اولیه در نمونه ها، قطعات مستطیلی ساخته شده با استفاده از یک تیغه اره نازک به ضخامت 0.25 میلی متر برش داده شدند. نوک ناچهای ایجاد شده توسط تیغه نازک با فشار دادن یک تیغ اصلاح، تیزتر شد. بدین ترتیب می توان شیارهای ایجاد شده در نمونه ها را با دقت قابل قبولی به صورت یک ترک تیز برای انجام آزمایش چقرمگی شکست، فرض نمود. در سایر مقالات تحقیقاتی نیز از همین روش برای ایجاد ترک تیز در نمونه های PMMA استفاده شده است [۲۰-۲۳]. طول ترک لبه ای نهایی ایجاد شده در وسط هر نمونه برابر ۳ میلیمتر می باشد که در نتیجه نسبت طول ترک بدون بعد a/W در تمامی آزمایشهای این مقاله مقدار ثابت 0.5 می باشد. سپس نمونه های ترک دار در داخل تکیه گاههای فیکسچر خمش سه نقطه ای (با فاصله ی تکیه گاه های $2S = 40 \text{ mm}$) در دستگاه تست قرار داده شده و با نرخ ثابت ۱ میلی متر بر دقیقه بصورت مونوتونیک تحت بار قرار گرفتند. بارگذاری تا لحظه ی شکست کامل قطعات و رشد ترک از نوک ترک اولیه ادامه پیدا کرد و در نهایت منحنی بار- جابجایی هر نمونه بدست آمد. برای هر ترکیب مشخص از کامپوزیتهای نه گانه ساخته شده در جدول ۱، چهار قطعه خمش سه نقطه ای مورد آزمایش قرار گرفت تا یک مقدار میانگین قابل قبول برای

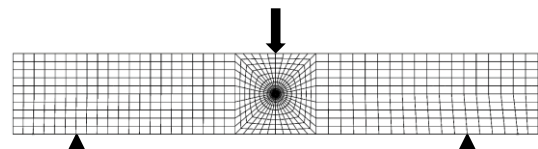
تنش متناظر با انجام یک تحلیل استاتیک محاسبه شده و در نتیجه ضریب هندسی برای این حالت بارگذاری برابر $f(a/W) = 18.07$ بدست آمد. نتایج آزمایشهای شکست انجام شده در این تحقیق نشان داد که منحنی بار-جابجایی تمامی نمونه ها کامپوزیتی با درصدهای مختلف هیدروکسی آپاتیت و آلومینا تقریباً خطی می باشد و تا لحظه شکست نمونه ها که به صورت ناگهانی و ترد اتفاق می افتد رفتار غیر الاستیک قابل ملاحظه‌ای مشاهده نمی گردد. بنابراین، رفتار مکانیکی مواد کامپوزیتی (با پایه PMMA) مورد بررسی در این تحقیق را می توان با فرض قابل قبولی به صورت الاستیک خطی در نظر گرفت. همچنین سایر محققین نیز رفتار مکانیکی سیمانهای استخوانی با پایه پلی متیل متا اکریلات را یا خطی فرض نموده اند [25 و 26] و یا به صورت آزمایشگاهی این رفتار خطی را برای سیمانها و کامپوزیتهای پایه پلیمری PMMA مشاهده نموده اند [27-29]. نتایج چقرمگی شکست نمونه های کامپوزیتی مختلف آزمایش شده در شکل 7 ارائه گردیده است که نشان می دهد مقدار K_{Ic} این مواد با توجه به درصد ترکیبهای مختلف افزودنیها در محدوده $1.85 - 2.25 \text{ MPa.m}^{0.5}$ تغییر می کند.

توسط سایر محققین برای این ماده پلیمری دارد [30-32]. همچنین برای اعتبار سنجی مقادیر چقرمگی شکست کامپوزیتهای دندانی این تحقیق بر اساس مبانی مکانیک شکست الاستیک خطی لازم است که اندازه ناحیه پلاستیک (یا ناحیه تخریب) اطراف نوک ترک در مقایسه با سایر ابعاد و اندازه های قطعه نظیر طول ترک بسیار کوچکتر و قابل صرفنظر کردن باشد. اندازه شعاع ناحیه پلاستیک r_c برای مواد تردی نظیر PMMA را می توان از مقاله تیلور [33] به صورت رابطه (2) تخمین زد.

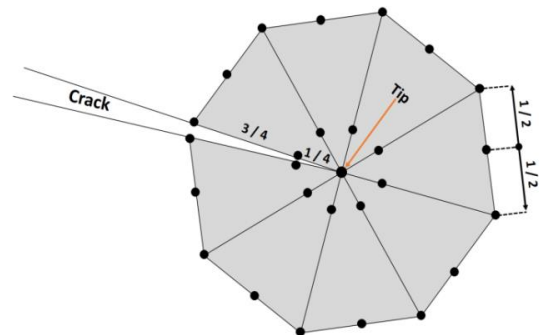
$$r_c = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_t} \right)^2 \quad (2)$$

که در آن σ_t مقدار تنش تسلیم ماده می باشد. مقدار استحکام تسلیم این کامپوزیتهای قبلاً توسط صفرآبادی و همکاران از آزمایش خمش سه نقطه ای برای درصدهای ترکیب مختلف نانو هیدروکسی آپاتیت و نانو آلومینا در محدوده 60-80 MPa محاسبه شده است [34]. در نتیجه مقدار ناحیه تخریب جلوی نوک ترک برای مواد نانو کامپوزیتی تست شده در این مقاله از رابطه 2 در محدوده 0.09 - 0.15 mm بدست می آید که بسیار کوچکتر از ابعاد نمونه های خمش سه نقطه ای آزمایش شده می باشد و در نتیجه صادق بودن فرض شرایط الاستیک خطی و ناچیز بودن اندازه ناحیه پلاستیک را برای این مواد را به اثبات می رساند. شایان ذکر است که در سایر مقالات نیز مقدار r_c ماده PMMA در همین محدوده گزارش شده است [32، 35، 36].

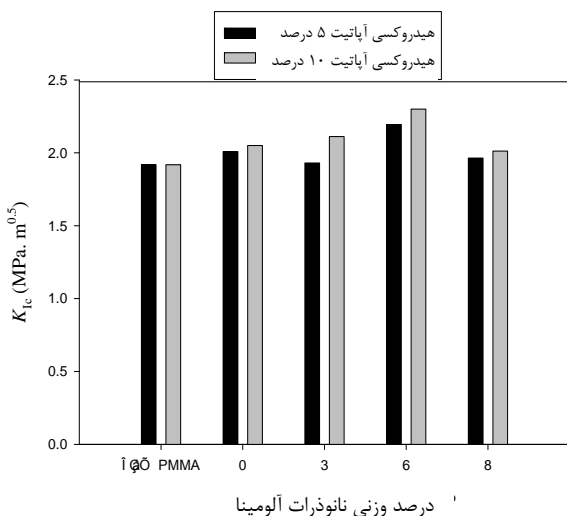
چنانچه از شکل 8 مشخص می گردد، اضافه نمودن درصدهای وزنی مختلف از نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت و آلومینا می تواند تا حدودی باعث افزایش چقرمگی شکست کامپوزیتهای پروتز دندانی ساخته شده با ماده پایه پلی متیل متا اکریلات گردد. در واقع این دو نانو ذره به عنوان فاز تقویتی باعث تقویت ماده PMMA در برابر رشد ترک و شکست ناشی از آن می شوند. شکل 6 نتایج چقرمگی شکست حاصله را برای دو دسته از کامپوزیتهای (دارای 5٪ و 10٪ هیدروکسی آپاتیت) با یکدیگر مقایسه نموده است. چنانچه از این نمودارها مشخص است به طور کلی چقرمگی شکست رزینهای حاوی 10٪ وزنی هیدروکسی آپاتیت از چقرمگی شکست رزینهای دارای 5٪ وزنی هیدروکسی آپاتیت بیشتر است.



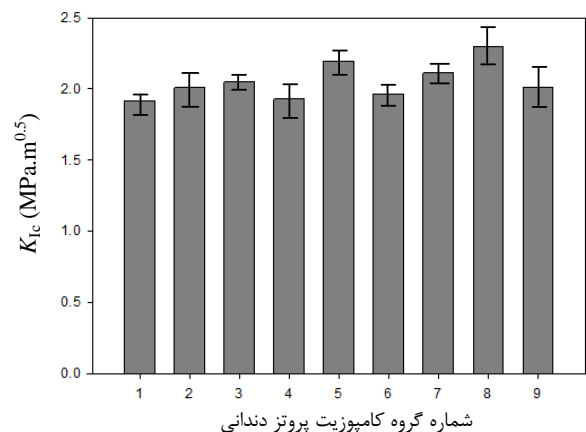
شکل 5 مدل المان محدود قطعه خمش سه نقطه ای با ترک لبه ای



شکل 6 نمای شماتیکی از المان تکین برای مدل سازی نوک ترک



شکل 8 تاثیر افزودن درصدهای مختلف نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت و آلومینا بر مقدار چقرمگی شکست کامپوزیتهای پروتز دندانی با پایه پلی متیل متا اکریلات



شکل 7 متوسط مقادیر چقرمگی شکست کامپوزیتهای آزمایش شده

4- بحث و نتیجه گیری

مقدار متوسط چقرمگی شکست ماده PMMA (نمونه های گروه 1 در شکل 7) معادل $1.9 \text{ MPa.m}^{0.5}$ بدست آمد که توافقی خوبی با سایر مقادیر گزارش شده

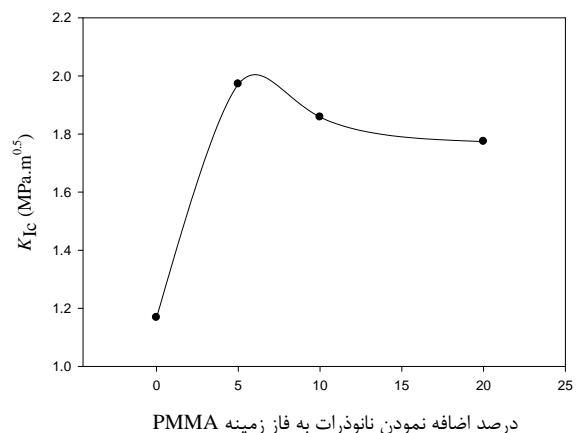
استحکامی پروتز دندانی شامل استحکام خمشی، مقاومت ضربه و سختی ویکرز سطح پروتز دندانی نیز، تقویت می‌گردد. در نتیجه به طور کلی می‌توان چنین نتیجه گرفت که خواص استحکامی پروتزهای پایه پلیمری موجود با اضافه نمودن درصدهای مناسبی از نانو ذرات زیست سازگار تا حد قابل توجهی بهبود می‌یابد که این امر می‌تواند از نظر افزایش عمر پروتز و در نتیجه افزایش میزان رضایت مندی افراد استفاده کننده از آنها بسیار حائز اهمیت باشد.

۵- مراجع

- [1] Best, S. M. Porter, A. E. Thian, E. S. and Huang, J., "Bioceramics: Past, Present and For the Future", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 28, No. 7, pp. 1319-1327, 2008.
- [2] Johnston, E. P. Nicholls, J. I. and Smith, D. E., "Flexure Fatigue of 10 Commonly Used Denture Base Resins" The Journal of Prosthetic Dentistry, Vol. 46. No. 5, pp. 478-483, 1981
- [3] Chen, S. Y. Liang, W. M. and Yen, P. S., "Reinforcement of Acrylic Denture Base Resin By Incorporation of Various Fibers", Journal of Biomedical Materials Research, Vol. 58, No. 2, pp. 203-208, 2001.
- [4] Dabbar, U.R. and Huggett, R.H., "A Denture Fracture-Survey", British Dental Journal, Vol. 176, pp. 342-345, 1994.
- [5] Vallittu, P. K., "Effect of Some Properties of Metal Strengtheners on the Fracture Resistance of Acrylic Denture Base Material Construction" Journal of Oral Rehabilitation, Vol. 20, No. 3, pp. 241-248, 1993.
- [6] Fujishima, A., and Ferracane, J. L., "Comparison of Four Modes of Fracture Toughness Testing For Dental Composites" Dental Materials, Vol. 12, No. 1, pp. 38-43, 1996.
- [7] Elshereksi, N. and Malaysia, U. S., "Effect of Filler Incorporation on the Fracture Toughness Properties of Denture Base Poly (Methyl Methacrylate)" Journal of Physical Science, Vol. 2, No. 2, pp. 1-12, 2009.
- [8] Hill, E. G. Bates, J. F. Lewis, T. T. and Rees, N., "Fracture Toughness of Acrylic Denture Base" Biomaterials, Vol. 4, No. 2, pp. 112-120, 1983.
- [9] Bagheri, R. Fani, M. Ghasrodashti, A. B. Yadkouri, N. N. and Mousavi, S. M., "Effect of A Home Bleaching Agent on The Fracture Toughness of Resin Composites, Using Short Rod Design" Journal of Dentistry, Vol. 15, No. 2, pp. 74, 2014.
- [10] Zhao, D. Botsis, J. and Drummond, J. L., "Fracture Studies of Selected Dental Restorative Composites", Dental Materials, Vol. 13, No. 3, 198-207, 1997.
- [11] Drummond, J. L., "Degradation, Fatigue, and Failure of Resin Dental Composite Materials" Journal of Dental Research, Vol. 87, NO. 8, pp. 710-719, 2008.
- [12] Suemasu, H. Wada, T. Aizawa, M. Gozu, K. Nozue, A. and Itatani, K., "Fracture Toughness and Failure Mechanism of Polymer-Introduced Porous Hap Composites", In ICF10, Honolulu (USA) 2001.
- [13] Mohamed, S. H. Arifin, A. Mohd, I. Z. Nizam, A. and Samsudin, A. R., "Mechanical and Thermal Properties of Hydroxyapatite Filled Poly (Methyl Methacrylate) Heat Processed Denture Base Material" The Medical Journal of Malaysia, Vol. 59, pp. 25-26, 2004
- [14] Ellakwa, A. E. Morsy, M. A. and El-Sheikh, A. M., "Effect of Aluminum Oxide Addition on the Flexural Strength and Thermal Diffusivity of Heat-Polymerized Acrylic Resin" Journal of Prosthodontics, Vol. 17, No. 6, pp. 439-444, 2008.
- [15] Mousa, W. F. Kobayashi, M. Shinzato, S. Kamimura, M. Neo, M. Yoshihara, S. and Nakamura, T., Biological and Mechanical Properties of PMMA-Based Bioactive Bone Cements. Biomaterials, Vol. 21, No. 21, pp. 2137-2146, 2000.
- [16] Khandaker, M. Vaughan, M. B. Morris, T. L. White, J. J. and Meng, Z., "Effect of Additive Particles on Mechanical, Thermal, and Cell Functioning Properties of Poly (Methyl Methacrylate) Cement" International Journal Of Nanomedicine, 9, 2699, 2014.
- [17] Mobasherpour, I. Hashjin, M. S. Toosi, S. R. and Kamachali, R. D., "Effect of the Addition of ZnO-Al₂O₃ on Nanocrystalline Hydroxyapatite Bending Strength and Fracture Toughness" Ceramics International, Vol. 35, No. 4, pp. 1569-1574, 2009.
- [18] Franklin, P. Wood, D. J. and Bubb, N. L., "Reinforcement of Poly (Methyl Methacrylate) Denture Base With Glass Flake" Dental Materials, Vol. 21, No. 4, pp. 365-370, 2005.
- [19] Al-Haddad, A. Roudsari, R. V. and Satterthwaite, J. D., "Fracture Toughness of Heat Cured Denture Base Acrylic Resin Modified With Chlorhexidine And Fluconazole As Bioactive Compounds", Journal of Dentistry, Vol. 42, No. 2, pp.180-184, 2014.
- [20] Ayatollahi, M. R. and Saboori, B., "A new fixture for fracture tests under mixed mode I/III loading", European Journal of Mechanics-A/Solids, Vol. 51, pp. 67-76, 2015.
- [21] Maccagno, T. M. and Knott, J. F., "The fracture behaviour of PMMA in mixed modes I and II" Engineering Fracture Mechanics, Vol. 34, No. 1, 65-86, 1989.

به عبارت دیگر افزایش هیدروکسی آپاتیت باعث افزایش مقاومت پلی متیل متا اکریلات در برابر رشد ترک می‌گردد. همچنین برای یک مقدار ثابت درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت (۵٪ یا ۱۰٪) مشاهده می‌گردد که افزایش مقدار نانو آلومینا تا درصد وزنی ۶٪ باعث افزایش مقدار چقرمگی شکست می‌گردد.

بنابراین بر اساس نتایج آزمایشگاهی حاصل از این تحقیق، کامپوزیت‌های پروتز دندانی با درصد ترکیب (89% PMMA+ 5% HAP+ 6% Al2O3) و (84% PMMA+ 10% HAP+ 6% Al2O3) بیشترین چقرمگی شکست و مقاومت در برابر رشد ترک را به نسبت ماده خالص پلی متیل متا اکریلات از خود نشان دادند. مقدار افزایش چقرمگی شکست در این دو کامپوزیت به ترتیب برابر ۲۰ و ۱۴ درصد می‌باشد. اما افزایش بیشتر درصد وزنی نانو آلومینا (تا ۱۸٪) باعث کاهش چقرمگی شکست برای هر دو درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت گردید. برخی از دلایل احتمالی برای این کاهش می‌تواند کاهش سطح مقطع ناحیه بارپذیری پلیمر پایه، تمرکز تنش در فصل مشترک و مرز دانه های رزین با نانو ذرات، حبایهای هوای محبوس در رزین و عدم آغشته شدن کافی رزین با نانو ذرات و در نتیجه کاهش چسبندگی در فصل مشترک فاز زمینه و فاز تقویتی باشد. مشابه چنین رفتاری توسط فرانکلین [۱۸] نیز مشاهده گردیده است و آنها نیز نشان داده اند که چقرمگی شکست PMMA با افزودن ذرات نانو، تا یک اندازه مشخصی افزایش و بهبود می‌یابد و پس از آن اضافه نمودن بیشتر فاز تقویتی حتی باعث کاهش مقاومت در برابر رشد ترک PMMA می‌گردد. بر اساس نتایج کار تحقیقاتی فرانکلین و همکاران [۱۸] که در شکل ۹ ارائه شده است هرچند که اضافه نمودن نانو ذرات گلس فلیک در حالت کلی باعث تقویت فاز زمینه در برابر رشد ترک می‌گردد اما مقدار این افزایش برای درصدهای وزنی بالاتر از ۵% نانو ذرات روند نزولی به خود می‌گیرد. در نتیجه بایستی برای مقاوم سازی کامپوزیت‌های دندانی با نانو افزودنی های مختلف، درصد ترکیب بهینه اختلاط این مواد با فاز زمینه پلیمری از طریق انجام آزمایشهای شکست تعیین گردد.



شکل ۹ تاثیر افزودن درصدهای مختلف نانو ذرات گلس فلیک بر مقدار چقرمگی شکست کامپوزیت‌های پروتز دندانی با پایه پلی متیل متا اکریلات گزارش شده توسط مرجع [۱۸]

همچنین خاطرنشان می‌شود که در کنار افزایش نسبی مقاومت ترک خوردگی ماده پروتز دندانی پایه پلیمری، صفرآبادی و همکاران [۳۴] نشان داده‌اند که با اضافه نمودن نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت و آلومینا سایر خواص

- [22] Saghafi, H. Zucchelli, A. and Minak, G., "Evaluating fracture behavior of brittle polymeric materials using an IASCB specimen" *Polymer Testing*, Vol. 32, No. 1, pp. 133-140, 2013.
- [23] Ahmadi-Moghadam, B. and Taheri, F., "An effective means for evaluating mixedmode I/III stress intensity factors using single-edge notch beam specimen" *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, Vol. 48, No. 4, pp.245-257, 2013
- [24] Akbaridoost, J., "Size and Crack Length Effects on Fracture Toughness of Polycrystalline Graphite" *Engineering Solid Mechanics*, Vol. 2, NO. 3, pp. 183-192. 2014
- [25] Haghpanahi, M., and Ghomashchi, H., "Cement-implant interface fracture failure by crack initiation due to interface cavity stress concentration" *IUST International Journal of Engineering Science*, Vol. 19, No. 5, pp. 173-186, 2008.
- [26] Janssen, D. Mann, K. A. and Verdonshot, N., "Finite element simulation of cement-bone interface micromechanics: A comparison to experimental results" *Journal of Orthopaedic Research*, Vol. 27, No. 10, pp. 1312-1318, 2009.
- [27] Mann, K. A. Ayers, D. C. Werner, F. W. Nicoletta, R. J. and Fortino, M. D., "Tensile strength of the cement-bone interface depends on the amount of bone interdigitated with PMMA cement" *Journal of biomechanics*, Vol. 30, No. 4, pp. 339-346, 1997.
- [28] Mann, K. A. Edidin, A. A. Ordway, N. R. and Manley, M. T., "Fracture toughness of CoCr alloy-PMMA cement interface" *Journal of biomedical materials research*, Vol. 38, No. 3, pp. 211-219, 1997.
- [29] Tsouknidas, A. Maropoulos, S. Savvakis, S. and Michailidis, N., "FEM assisted evaluation of PMMA and Ti6Al4V as materials for cranioplasty resulting mechanical behaviour and the neurocranial protection" *Biomedical Materials and Engineering*, Vol. 21, No. 3, pp. 139, 2011.
- [30] Zhou, J. Wang, Y. and Xia, Y., "Mode-I Fracture Toughness Measurement of PMMA With The Brazilian Disk Test" *Journal of Materials Science*, Vol. 41, No. 17, pp. 5778-5781, 2006.
- [31] Ayatollahi, M. R. Aliha, M. R. M., and Hassani, M. M., "Mixed Mode Brittle Fracture In PMMA—An Experimental Study Using SCB Specimens" *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 417, No. 1, pp. 348-356, 2006.
- [32] Ayatollahi, M. R. and Aliha, M. R. M., "Analysis of A New Specimen For Mixed Mode Fracture Tests on Brittle Materials" *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 76, No. 11, pp. 1563-1573, 2009.
- [33] Taylor, D. Merlo, M. Pegley, R. and Cavatorta, M. P., "The effect of stress concentrations on the fracture strength of polymethylmethacrylate" *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 382, No. 1, pp. 288-294, 2004.
- [34] Safarabadi, M. Khansari, N. and Rezaei, A., "An Experimental Investigation of HA/AL2O3 Nanoparticles on Mechanical Properties of Restoration Materials" *Engineering Solid Mechanics*, Vol. 2, No. 3, pp.173-182, 2014.
- [35] Ayatollahi, M. R. Aliha, M. R. M. and Saghafi, H., "An improved semi-circular bend specimen for investigating mixed mode brittle fracture" *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 78, No. 1, pp. 110-123, 2011.
- [36] Aliha, M. R. M. and Ayatollahi, M. R., "Geometry effects on fracture behaviour of polymethyl methacrylate" *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527, No. 3, pp. 526-530, 2010.

