

Własności materiałów stomatologicznych

(S)

I. Zagadnienia

1. Promieniowanie świetlne; właściwości i źródła.
2. Polimeryzacja stomatologicznych materiałów światłoutwardzalnych.
3. Parametry i zasada działania stomatologicznej lampy polimeryzacyjnej.
4. Pomiary temperatury.

II. Zadania

1. Zbadanie przebiegu procesu polimeryzacji różnych materiałów stomatologicznych w identycznych warunkach naświetlania.
2. Analiza natężenia oświetlenia emitowanego przez lampę polimeryzacyjną.

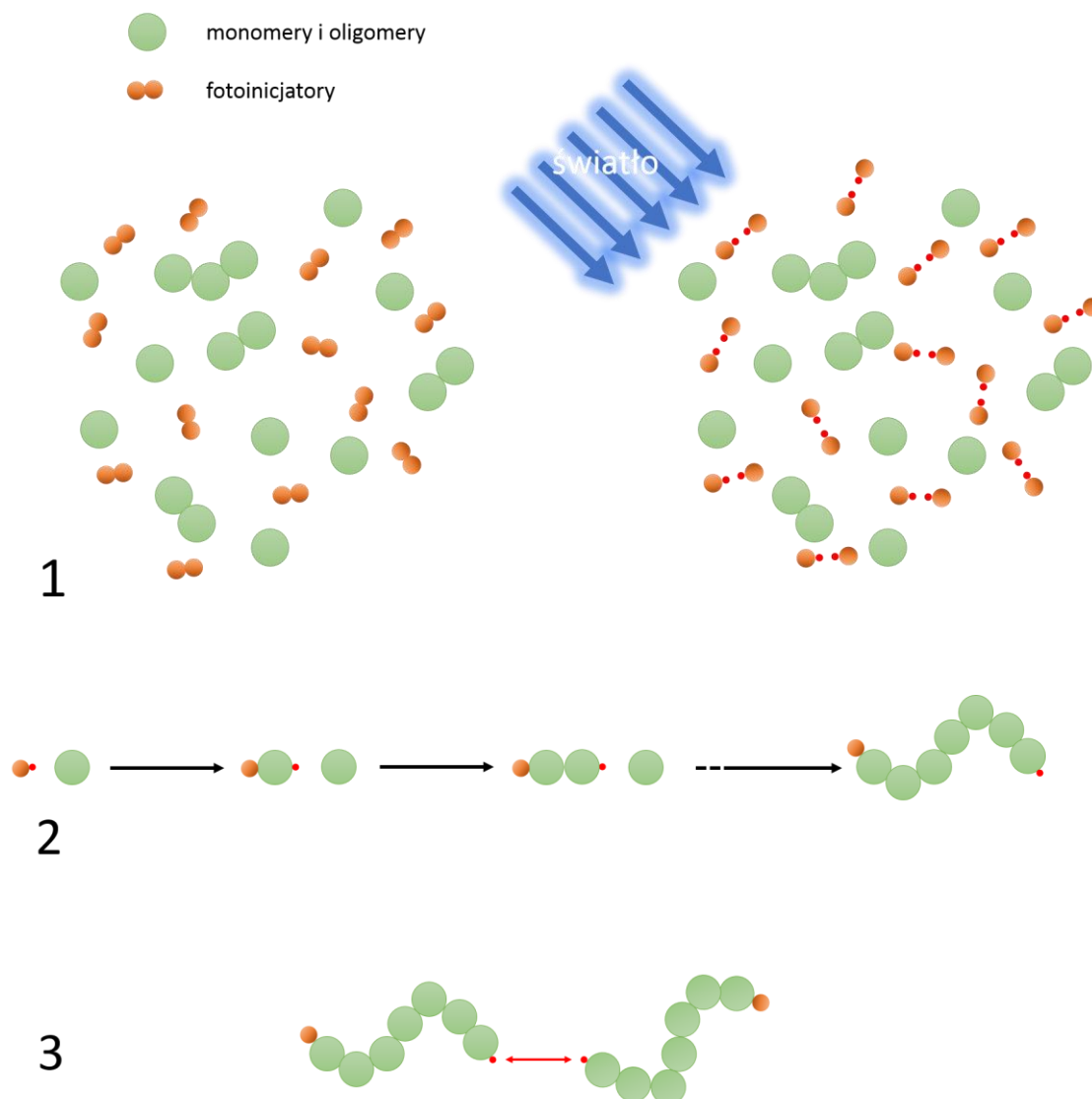
III. Wykonanie ćwiczenia

Materiały kompozytowe używane do odtwarzania tkanek zęba składają się z trzech faz:

1. Fazy organicznej (matrycy) składającej się z substancji polimerycznej oraz inicjatorów regulujących proces polimeryzacji. Do tej fazy dodawane są również barwniki warunkujące ostateczny efekt wizualny.
2. Fazy nieorganicznej będącej wypełniaczem. W jej skład wchodzi np. dwutlenek krzemu w postaci krystalicznej, sole glinkowo-krzemowo-sodowe i wiele innych.
3. Substancji wiążącej, łączącej dwie pierwsze fazy. W jej skład wchodzi związki, które wiążą się przez reakcję estrową z wypełniaczem oraz przez hydrofobową cząsteczkę wbudowują się w splot polimeru.

Procentowy udział każdej z powyższych faz zależy od użytych związków i może różnić się dość znacznie pomiędzy poszczególnymi materiałami.

Proces polimeryzacji inicjowany jest poprzez światło widzialne. Fotony oddziałują z cząsteczkami fotoinicjatora w wyniku czego powstają wolne rodniki prowadzące do reakcji polimeryzacji. Energia fotonu zależy od częstości promieniowania, dlatego aby uzyskać odpowiednią ilość energii prowadzącą do polimeryzacji, promieniowanie używane do polimeryzacji musi mieć określoną długość (częstotliwość) fali. Schemat przebiegu reakcji polimeryzacji pokazany jest na Rys. 1.



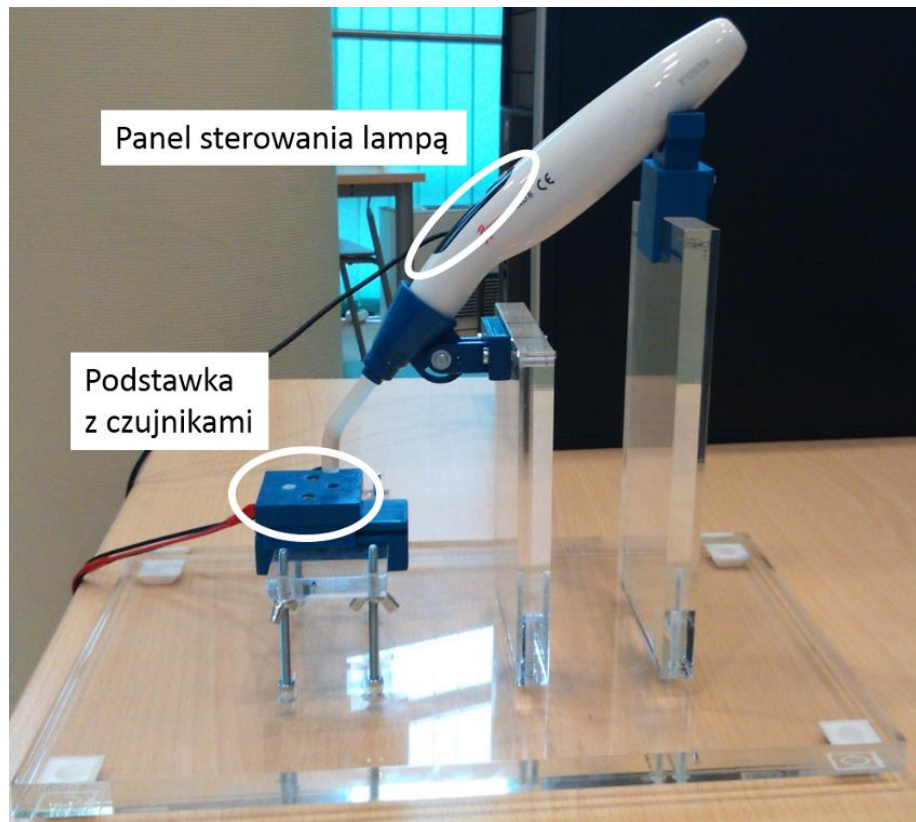
Rys. 1. Schemat reakcji polimeryzacji: 1) Aktywacja fotoinicjatorów pod wpływem światła o określonej długości fali. 2) Inicjacja i propagacja reakcji polimeryzacji. 3) Zakończenie polimeryzacji i utworzenie twardego kompozytu.

Polimeryzacja kompozytów stomatologicznych jest reakcją egzotermiczną, dzięki czemu możliwa jest analiza procesu polimeryzacji na podstawie ciepła wydzielanego w czasie reakcji. W ćwiczeniu do pomiaru temperatury wykorzystywany jest termistor NTC (ang. negative temperature coefficient), którego opór maleje wraz ze wzrostem temperatury. Wartości oporu rejestrowane są przy pomocy programu *materiały2019en*.

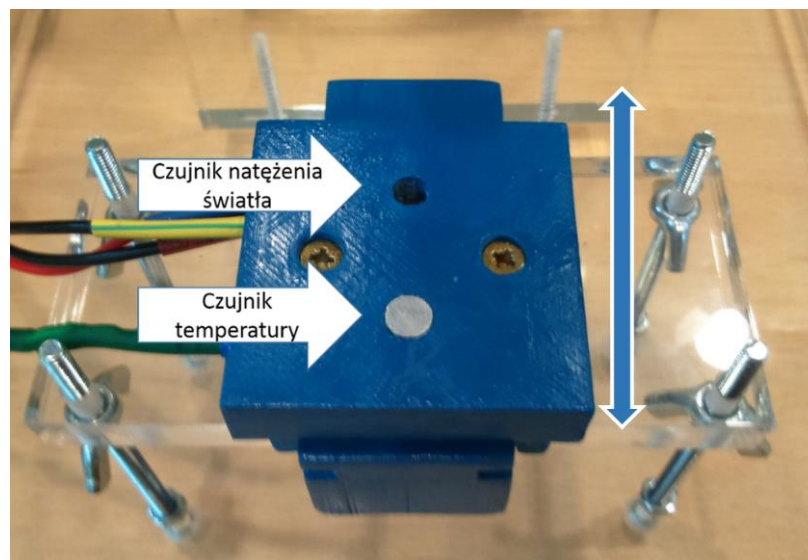
Układ pomiarowy:

Układ pomiarowy (przedstawiony na Rys. 2) składa się z lampy polimeryzacyjnej LED-B Woodpecker (instrukcja obsługi lampy znajduje się na końcu instrukcji do ćwiczenia) oraz ruchomej podstawki, w której umieszczone są czujniki: I -

temperatury oraz II - natężenia emitowanego światła. Układ czujników na podstawie przedstawiony jest na Rys. 3.

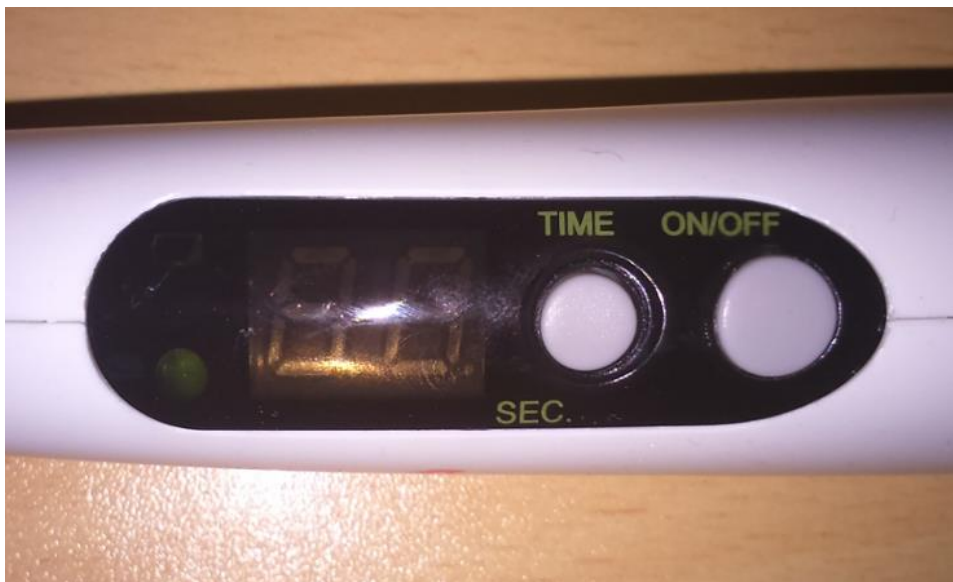


Rys. 2. Schemat układu pomiarowego: lampa polimeryzacyjna i podstawa z czujnikami.



Rys. 3. Schemat podstawki z czujnikami temperatury i natężenia światła. Szara część jest ruchoma co umożliwia ustawienie dowolnie wybranego czujnika tak, aby znajdował się w centrum oświetlanej powierzchni.

W panelu sterowania lampą znajdują się dwa przyciski (Rys. 4): *ON/OFF* oraz *TIME*. Jednokrotne wciśnięcie przycisku *ON/OFF* uruchamia lampę. Przyciskiem *TIME* można wybrać czas naświetlania (5, 10, 15 lub 20 s). Po ustawieniu odpowiedniego czasu ponowne przyciśnięcie przycisku *ON/OFF* uruchomi naświetlanie.



Rys. 4. Panel sterowania lampy polimeryzacyjnej z przyciskami *ON/OFF* i *TIME*.

Ćwiczenie składa się z dwóch części. W pierwszej, badaniu podlegają zmiany temperatury polimeryzowanego materiału, na podstawie których możliwa jest analiza przebiegu procesu polimeryzacji. W drugiej części ćwiczenia badane jest światło emitowane przez lampę i jego właściwości.

1. Analiza przebiegu procesu polimeryzacji różnych materiałów stomatologicznych.

Wykonanie pomiarów:

- Do przeprowadzenia ćwiczenia przygotowanych jest kilka polimerów hybrydowych różniących się różnymi właściwościami (np. kolorem albo składem) oznaczonych jako próbki A, B i C.
- Płytkę z czujnikami należy ustawić tak aby czujnik temperatury znajdował się w jednej linii z lampą polimeryzacyjną (Rys. 3.).
- Na metalową płytkę przykrywającą czujnik temperatury nałożyć niewielką ilość polimeru oznaczonego jako próbka A (wycisnąć z pojemnika ok. 1 mm materiału przekręcając tłoczek o ok. pół obrotu i nałożyć go równomiernie na metalową płytkę).

- Uruchomić program **materiały2019en** (szczegółowa instrukcja obsługi programu znajduje się na końcu instrukcji) .
- Wcisnąć przycisk **START/STOP**
- **Jednocześnie** włączyć lampę polimeryzacyjną (przycisk **ON/OFF**), ustawioną na 15s (przyciskiem **TIME**)
- Po osiągnięciu maksymalnej temperatury odczekać 5 minut i zapisać wyniki pomiaru w formacie *.dat na dysku U:/ wciskając przycisk **SAVE DATA**. Pomiar można zapisać przed upływem 5 minut jeśli temperatura próbki zmniejszy się do temperatury zmierzonej na początku pomiaru.
- Analogiczne pomiary przeprowadzić dla innych materiałów do uzupełnień (oznaczonych jako B i C).
- Po zarejestrowaniu trzech profili zmian temperatury (dla próbek A, B i C) powtórzyć pomiar dla układu bez próbki (naświetlając lampą sam czujnik temperatury) i zapisać go w pliku o formacie *.txt na dysku U:\.

Analiza danych:

W programie **Statistica** zaimportować wyniki pomiarów dla próbki polimerowej oraz wyniki pomiaru referencyjnego (*Var1* – czas [s], *Var2* – temperatura [°C]). Do nowego arkusza skopiować kolumny *Var2* i *Var1* z pierwszego pliku oraz kolumnę *Var2* z pliku dla pomiaru referencyjnego. W nowej kolumnie (*Var4*) obliczyć różnicę temperatur uzyskanych podczas naświetlania polimeru i pustego czujnika. Wzrost temperatury w trakcie polimeryzacji jest liniowy a szybkość przyrastania temperatury odzwierciedla szybkość polimeryzacji. W celu wyznaczenia szybkości polimeryzacji należy wykonać wykres zależności różnicy temperatur od czasu z prostą dopasowaną w obszarze liniowego wzrostu temperatury (zmiana zakresu danych analizowanych w trakcie dopasowywania prostej pokazana jest w instrukcji do programu **Statistica**). Wykres z dopasowaną prostą umieścić w sprawozdaniu a na jego podstawie wyznaczyć szybkość polimeryzacji, czas inicjacji polimeryzacji oraz czas trwania polimeryzacji.

Analizę powtórzyć dla wszystkich wykonanych pomiarów a uzyskane wyniki skomentować pod kątem barwy i rodzaju polimeru.

Analiza danych uzyskanych podczas pomiaru, w którym lampa włączana jest po uruchomieniu pomiaru:

W programie *Statistica* zaimportować wyniki pomiarów dla próbki polimerowej oraz wyniki pomiaru referencyjnego (*Var1* – czas [s], *Var2* – temperatura [°C]). W każdym pliku utworzyć trzecią kolumnę – *Var3*, w której należy od czasu z pierwszej kolumny odjąć wartość odczytaną w czasie pomiaru przy pomocy przycisku *UWAGA*. Do nowego arkusza skopiować kolumny *Var3* i *Var2* z pierwszego pliku oraz kolumnę *Var2* z pliku dla pomiaru referencyjnego zaczynając od wiersza, dla którego uzyskano wartość 0 w kolumnie *Var3*. W nowej kolumnie (*Var4*) obliczyć różnicę temperatur uzyskanych podczas naświetlania polimeru i pustego czujnika. Wzrost temperatury w trakcie polimeryzacji jest liniowy a szybkość przyrastania temperatury odzwierciedla szybkość polimeryzacji. W celu wyznaczenia szybkości polimeryzacji należy wykonać wykres zależności różnicy temperatur od czasu z prostą dopasowaną w obszarze liniowego wzrostu temperatury (zmiana zakresu danych analizowanych w trakcie dopasowywania prostej pokazana jest w instrukcji do programu *Statistica*). Wykres z dopasowaną prostą umieścić w sprawozdaniu a na jego podstawie wyznaczyć szybkość polimeryzacji, czas inicjacji polimeryzacji oraz czas trwania polimeryzacji.

2. Analiza natężenia promieniowania emitowanego przez lampę polimeryzacyjną w różnych warunkach.

Jakość spolimeryzowanego wypełnienia zależy od właściwości promieniowania (np. długość fali), na które wystawiony jest polimeryzowany materiał oraz od właściwości samego impulsu świetlnego (np. od czasu narastania impulsu).

Do pomiaru natężenia promieniowania świetlnego wykorzystane są fotodetektory. Jednym z nich jest fotodioda półprzewodnikowa wykorzystywana w drugiej części ćwiczenia. Fotodioda składa się z dwóch półprzewodników o różnych typach przewodnictwa p i n (złącze p-n). Fotony padające na złącze w wyniku zjawiska fotoelektrycznego wybijają elektrony, które zostają przeniesione do pasma przewodnictwa. Powstaje prąd przewodzenia, który zwiększa się wraz ze wzrostem natężenia strumienia świetlnego.

2.1. Analiza gęstości mocy promieniowania emitowanego przez lampę.

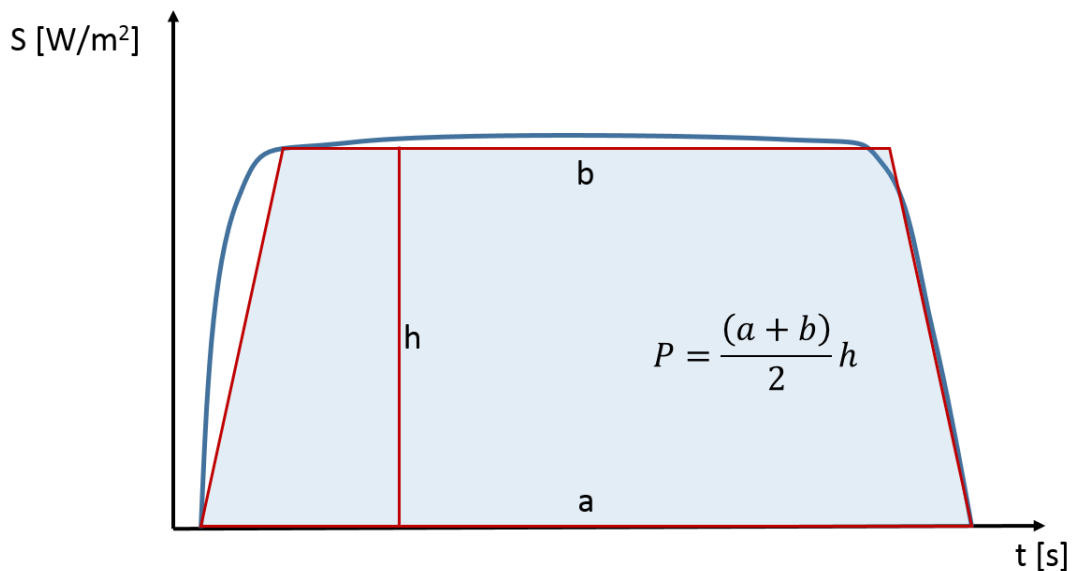
Wykonanie pomiarów:

- Płytkę z czujnikami przesunąć na pozycję II tak, aby czujnik znajdował się w jednej linii z lampą polimeryzacyjną.
- W zakładce *Light intensity* programu **materiały2019en** uruchomić pomiar wciskając przycisk *START/STOP* i włączyć lampę z czasem naświetlania równym 5 s. Po wyłączeniu się lampy pomiar zapisać na dysku U:/
- Analogiczne pomiary wykonać dla pozostałych czasów naświetlania: 10 s, 15 s, 20 s.

Analiza danych:

Pliki z danymi zaimportować do programu *Statistica* i wykonać jeden wykres przedstawiający 4 profile natężenia światła emitowanego przez lampę w funkcji czasu ($S(t)$). Otrzymane wyniki skomentować.

Na podstawie przybliżenia geometrycznego krzywej na wykresie (przykładowe obliczenia pokazane są na Rys. 4) oszacować gęstość energii (w J/cm^2). Wynik skomentować.



Rys. 4. Linia niebieska - wykres przedstawiający zależność natężenia światła od czasu. Trapez o czerwonych brzegach – geometryczne przybliżenie krzywej eksperymentalnej.

2.2. Analiza wpływu filtrów barwnych na natężenie światła emitowanego przez lampę:

Wykonanie pomiarów:

Dla wybranego przez asystenta czasu naświetlania (5 s, 10 s, 15 s lub 20 s) wykonać pomiary natężenia światła emitowanego przez lampę w obecności różnokolorowych filtrów:

- Wybrany filtr umieścić na płytce z czujnikami pomiędzy czujnikiem a lampą polimeryzacyjną.
- Uruchomić pomiar wciskając przycisk *START/STOP pomiaru* w zakładce *Light intensity* programu *materiały2019en*.
- Włączyć lampę polimeryzacyjną.
- Wyniki pomiaru zapisać (przycisk *SAVE DATA*) w pliku na dysku U:/
- Pomiar powtórzyć dla pozostałych filtrów.

Analiza danych:

Pliki z danymi zaimportować do programu *Statistica* i wykonać jeden wykres przedstawiający wszystkie profile natężenia światła $S(t)$ w zależności od czasu. Z wykresu odczytać wartości maksymalnego natężenia światła, czas jej osiągnięcia oraz czas trwania impulsu świetlnego i wpisać do tabeli w sprawozdaniu.



IV. Sprawozdanie (szablon: *materiały.dotx*)

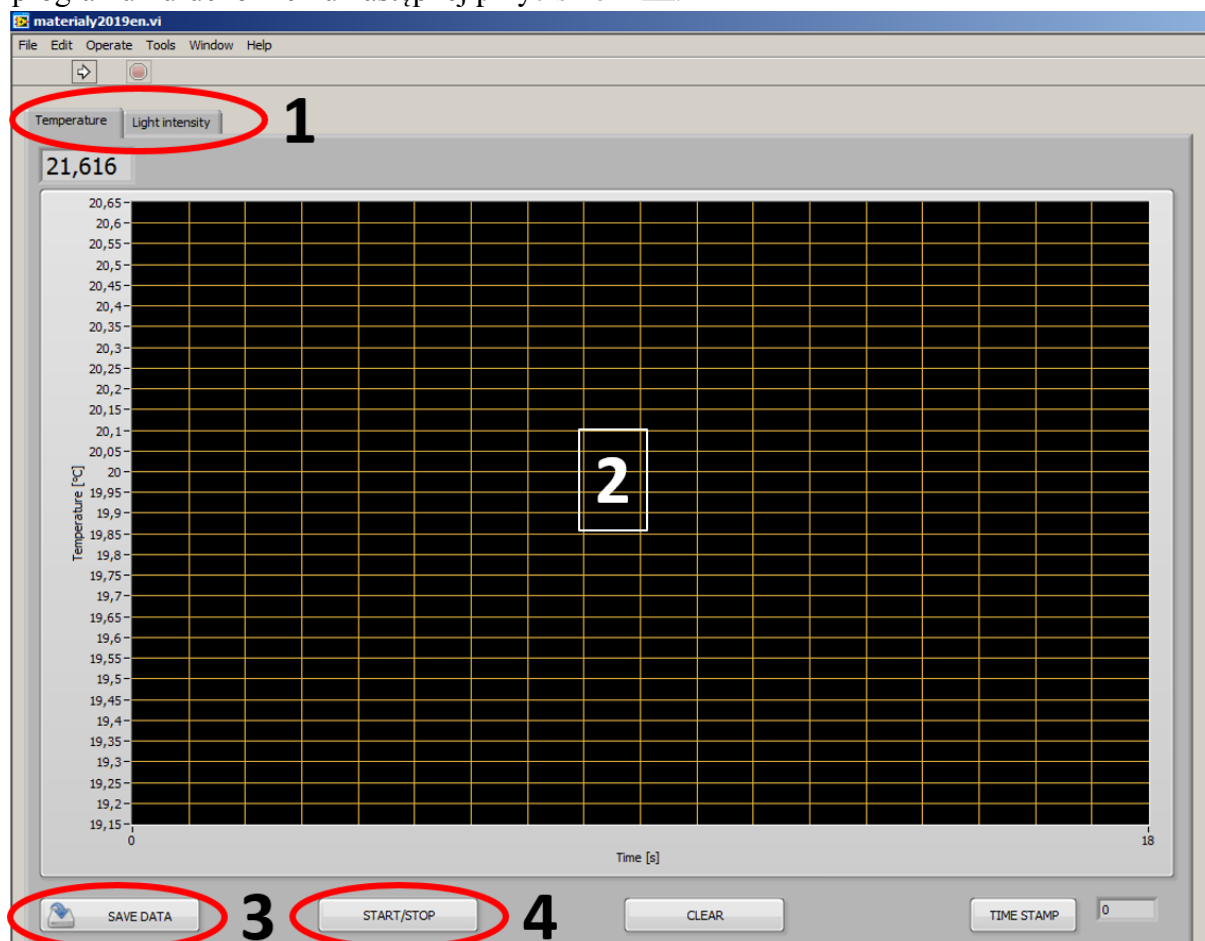
1. Dane wykorzystanych materiałów dentystycznych A, B, C.
2. Wykres zmian temperatury plomby z materiału A, B i C w funkcji czasu oraz tabela zawierająca odczytane z wykresu lub uzyskane podczas analizy dane charakteryzujące przebieg procesu polimeryzacji. Ocena wpływu barwy plomby na uzyskane wyniki.
3. Wykres zależności natężenia światła od czasu dla różnych czasów naświetlania
4. Wykres zależności natężenia światła od czasu dla różnych kolorów filtrów oraz tabela zawierająca dane charakteryzujące gęstość mocy światła.

V. Instrukcje

1. Instrukcja programu *materiały2019en*.
2. Instrukcja programu *Statistica*.

Instrukcja obsługi programu *materiały2019en*

Program *materiały2019en* umożliwia pomiar temperatury polimeryzowanego materiału (pierwsza zakładka, *Temperature*) oraz natężenia światła emitowanego przez lampę polimeryzacyjną (druga zakładka, *Light intensity*). Sprawne przechodzenie pomiędzy zakładkami wymaga wyłączenia bieżącej zakładki przy użyciu przycisku  w menu programu i uruchomieniu następnego przyciskiem .



Rys. 1. Okno programu *Materiały* z zaznaczonymi najważniejszymi elementami.

1. Pasek wyboru zakładek: Pomiar temperatury/Pomiar natężenia światła – *Temperature/Light intensity*.
2. Okno wykresu.
3. Przycisk zapisu pomiaru.
Wyniki pomiaru powinny być zapisane w pliku z rozszerzeniem *.dat
4. Przycisk *START/STOP*, uruchamiający i zatrzymujący akwizycję danych.
Aby rozpocząć pomiar należy wcisnąć raz przycisk. Kolejne wciśnięcie przycisku zatrzymuje pomiar, ale NIE usuwa zgromadzonych danych. Do tego ostatniego służy przycisk *CLEAR*.
5. Przycisk *TIME STAMP* pozwala ustawić znacznik temperatury w momencie jego naciśnięcia. Jest to pomocne w odczytywaniu początkowej temperatury płytki.

