

[文章编号 1000-1182(2004)04-0317-03

预浸润玻璃纤维强化复合树脂的力学性能

谢秋菲¹,张 磊¹,郑 刚²

(1. 北京大学口腔医院 修复科;2. 北京大学口腔医院 材料教研室,北京 100081)

[摘要] 目的 研究预浸润玻璃纤维对不同复合树脂的强化效果。方法 制作 Sinfony 和 belleGass 两种复合树脂的加入和不加预浸润玻璃纤维的标准试件 (25 mm ×2 mm ×2 mm),于 (37 ±1) 的蒸馏水环境中保存 24 h 后,在万能力学试验机上测试弯曲强度和弹性模量。结果 Sinfony 复合树脂加入纤维后弯曲强度和弹性模量显著提高,分别为 (555.76 ±67.31)MPa 和 (12.59 ±3.06) GPa,较不加玻璃纤维试件平均提高了 4.9 和 2.5 倍 (P=0);belleGass 复合树脂加入纤维后弹性模量有提高,为 (14.10 ±2.88) GPa,较不加玻璃纤维试件平均提高了 0.9 倍 (P=0),而弯曲强度提高不明显。结论 预浸润玻璃纤维可以显著提高复合树脂的力学性能,但对不同复合树脂的强化效果有明显差别。

[关键词] 复合树脂; 玻璃纤维; 弯曲强度; 弹性模量

[中图分类号] R 783 [文献标识码] A

Mechanical Properties of Preimpregnated Glass Fiber Reinforced Composite Resins XIE Qiu-fei¹, ZHANG Lei¹, ZHENG Gang². (1. Dept. of Prosthodontics, School of Stomatology, Peking University;2. Dept. of Material, School of Stomatology, Peking University, Beijing 100081, China)

[Abstract] **Objective** To study the mechanical properties of two kinds of composite resins reinforced by preimpregnated glass fibers. **Methods** Sinfony and belleGass composite resins were used to make standard samples (25 mm ×2 mm ×2 mm) with and without glass fibers. After all specimens were stored for 24 hours in distilled water at (37 ±1) , the flexural strength and flexural modulus were measured on a universal test machine. **Results** Both flexural strength and flexural modulus of Sinfony composite reinforced by the glass fibers became significantly increased, which were (555.76 ±67.31) MPa and (12.59 ±3.06) GPa respectively, and 4.5 and 2.5 times much more than those of the specimens without glass fibers (P=0); the flexural modulus of belleGass composite became significantly increased, which was (14.10 ±2.88) GPa, and 0.9 time much more than the specimens without glass fibers (P=0), but the improvement of flexural strength was not significantly. **Conclusion** Glass fibers can improve the mechanical properties of composite resins, but the reinforcement effect is different between different resins.

[Key words] composite resins; glass fiber; flexural strength; flexural modulus

在口腔修复领域中,玻璃纤维被首先用于加强义齿树脂基托以提高基托的强度¹。有关玻璃纤维与无填料树脂复合应用的研究较多,玻璃纤维良好的增强效果和美观效果得到了一致的肯定。但是,无填料树脂的强度低、耐磨耗性能差,在固定修复中,只能用于制作临时性固定桥。

复合树脂由于具有优良的性能,已经成为一种成熟的牙体缺损充填修复材料。不同种类的玻璃纤维强化复合树脂 (glass fiber reinforced composite, GFRC) 已应用于牙列缺损的固定修复中,并初步取得了良好的效果^{2,3},而与之相关的玻璃纤维强化复合树脂性能的基础研究相对较少。近年来,国际上又出现了预浸润处理的玻璃纤维,经过这种工艺处理,可以提高

玻璃纤维与树脂的结合效果。本实验主要是通过测试预浸润玻璃纤维强化复合树脂的弯曲强度和弹性模量,从而探讨玻璃纤维对不同复合树脂力学性能的强化效果。

1 材料和方法

1.1 材料

Sinfony 复合树脂、belleGass 复合树脂的概况见表 1,STICKTM 单向玻璃纤维束 (Stick Teth 有限公司,芬兰),玻璃纤维浸润液 (ESPE 公司,德国)。

表 1 两种复合树脂概况

Tab 1 Technical profiles and manufactures of two composite resins

复合树脂	生产公司	树脂基质	填料类型	填料重量百分含量 (%)
Sinfony	ESPE Germany	Bis-GMA	镨铝硼硅酸盐玻璃 SiO ₂	50.0
belleGass	Kerr USA	UDMA TECDMA 二甲基丙烯酸低聚物	钡玻璃	78.7

[收稿日期 2004-01-27; 修回日期 2004-03-10]

[基金项目] 科技部国际合作基金项目 (A6)

[作者简介] 谢秋菲 (1955-),女,江西人,副教授,博士

[通讯作者] 张 磊, Tel: 13801113601

1.2 方法

将长度、宽度为 (24.0 ±0.5) mm、(2.5 ±0.5) mm 的 STICK™ 单向玻璃纤维束置于玻璃纤维浸润液中浸润 2~4 h (不加纤维时省略此步)。

于标准试件成形模具中分别制作不加纤维和加纤维的 Sinfony 和 belleGlass 两种复合树脂标准试件 (25 mm ×2 mm ×2 mm), 依照中华人民共和国医药行业标准 YY91042-1999 制作), 制作加纤维试件时, 首先将少量复合树脂均匀置于模具底层, 然后加入浸润好的纤维束, 再将纤维表面均匀盖以复合树脂; 制作不加纤维试件时, 只将复合树脂置于模具中。以普通光固化灯光照 2 min 固化后, 从模具中将各个标准试件取出。具体分组情况见表 2。

表 2 标准试件分组情况

Tab 2 Grouping of standard specimens		
分组	Sinfony	belleGlass
不加纤维	10	10
加纤维	8	8

Sinfony 试件于 Sinfony 光固化处理机 (ESPE 公司, 德国) 光照 1 min, 真空光照 14 min, 共处理 15 min; belleGlass 试件于 belleGlass 热处理器 (Kerr 公司, 美国) 中在氮气、146 °C 的环境中处理 20 min。

将各个试件放入恒温水浴箱, 在 (37 ±1) °C 的蒸馏水环境中保存 24 h, 而后取出, 擦干, 用游标卡尺在各个试件的中点附近测量宽度和厚度。

将试件按组随机地放置在 DCS-5000 型万能力学试验机 (日本岛津) 上加载, 模式图见图 1, 进行三点弯曲实验 (支点距试件两端各为 2.5 mm, 支点间距 20 mm, 加载部位为试件中点处, 加载速度为 1 mm/min), 在描记曲线上得出折裂点对应变形量 (即压头移动的距离) 和折裂力值。

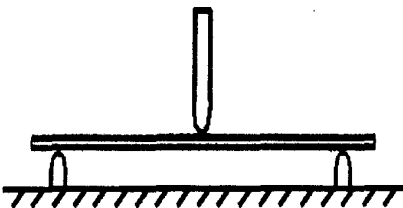


图 1 三点弯曲实验加载模式图

Fig 1 Mode of three-point flexural test

1.3 折裂力值的判断标准

Sinfony 不加纤维组、Sinfony 加纤维组、belleGlass 不加纤维组在最终断裂前描记曲线上未出现波动, 其折裂力值取机器给出的 Break 值。

belleGlass 加纤维组在最终完全折裂之前描记

曲线上出现多次波动, 这表明试件发生了多次折裂现象, 在这种情况下, 折裂力值取第 1 次曲线波动对应的力值。

1.4 计算

弯曲强度 (flexural strength, σ) 计算公式如下: $\sigma = 3FL/2WH^2$, 其中 F: 折裂力 (N), W: 试件宽度 (mm), H: 试件厚度 (mm), L: 支点间宽度, 定为 20 mm。

弹性模量 (flexural modulus, E) 计算公式如下: $E = FL^3/4WH^3$, 其中 F: 测量点对应力值 (N), L: 支点间宽度, 定为 20 mm, W: 试件宽度 (mm), H: 试件厚度 (mm), Δ : 测量点对应挠度值 (mm)。

1.5 统计

采用 SPSS 10.0 中的独立样本 t 检验、独立样本非参数检验和双变量相关分析进行统计分析。

2 结果

2.1 两种复合树脂折裂点对应形变情况

两种复合树脂折裂点对应形变情况见表 3, 统计分析表明, 两种复合树脂未加纤维组与加纤维组折裂形变的差别无统计学意义; Sinfony 复合树脂的折裂形变显著高于 belleGlass 复合树脂 ($P = 0$)。

表 3 两种复合树脂折裂点对应形变情况 (mm, $\bar{x} \pm s$)

Tab 3 Deformation of two composite resins with and without GF (mm, $\bar{x} \pm s$)

分组	Sinfony	belleGlass	P 值
不加纤维	1.50 ±0.42	0.58 ±0.20	0
加纤维	1.60 ±0.30	0.44 ±0.32	0

2.2 两种复合树脂弯曲强度和弹性模量比较

两种复合树脂弯曲强度和弹性模量结果见表 4 和 5, 统计分析表明, Sinfony 复合树脂加纤维组的弯曲强度和弹性模量较不加纤维组有显著的提高 ($P = 0$), 分别平均提高了 4.9 和 2.5 倍。

表 4 两种复合树脂加纤维前后弯曲强度 (MPa, $\bar{x} \pm s$)

Tab 4 Flexural strength of two composites (MPa, $\bar{x} \pm s$)

分组	Sinfony	belleGlass	P 值
不加纤维	94.390 ±13.180	114.500 ±20.340	0.017
加纤维	555.760 ±67.310	153.780 ±59.830	0.001

表 5 两种复合树脂加纤维前后弹性模量 (GPa, $\bar{x} \pm s$)

Tab 5 Flexural modulus of two composites (GPa, $\bar{x} \pm s$)

分组	Sinfony	BelleGlass	P 值
不加纤维	3.630 ±0.630	7.380 ±2.600	0.001
加纤维	12.590 ±3.060	14.100 ±2.880	>0.050

belleGlass 加纤维组弯曲强度的提高没有统计学

意义,弹性模量明显提高($P=0$),平均提高了 0.9 倍。

两种树脂未加纤维组,belleGlass 复合树脂的弯曲强度和弹性模量皆明显高于 Sinfony 复合树脂($P=0.017$ 和 0.001);两种树脂加纤维组,belleGlass 复合树脂的弯曲强度明显低于 Sinfony 复合树脂($P=0.001$),belleGlass 与 Sinfony 两种复合树脂的弹性模量则无统计学差异。

2.3 弯曲强度与折裂形变的关系

分别对加纤维组与不加纤维组的两种树脂的弯曲强度与折裂形变进行相关分析,结果为:不加纤维组两者之间无相关关系, $r=-0.230$ ($P>0.05$);加纤维组两者之间存在正相关关系, $r=0.759$ ($P=0.001$)。

3 讨论

3.1 玻璃纤维的浸润

本实验使用的为预浸润玻璃纤维,制造商在生产过程中采用多孔聚合物对玻璃纤维进行预先浸透处理,在纤维之间存在多孔聚合物孔隙。在临床使用时,玻璃纤维处理液的浸润过程为浸润液树脂单体进入纤维间多孔聚合物孔隙的过程。如果浸润时间太短,会因进入纤维聚合物孔隙的树脂不充分,形成不良浸润,影响纤维加强效果。浸润时避光保存是为了防止浸润纤维过早固化,影响可操作性。

3.2 两种树脂加纤维组与不加纤维组的弹性模量和弯曲强度分析

两种复合树脂加纤维组较不加纤维组的弹性模量皆出现了显著的提高,这表明玻璃纤维使树脂在一定负荷下,发生的形变减小,刚性增强。

两种复合树脂加纤维组的弯曲强度结果表现不同:Sinfony 加纤维组,弯曲强度显著增强;belleGlass 加纤维组,弯曲强度的提高不明显。其原因可能为 Sinfony 较好地满足了纤维-树脂复合材料设计原则中对基体的要求:设计纤维-树脂复合材料的一个重要原则就是树脂的延伸率应该大于或等于纤维的延伸率,以保证复合材料在经受载荷时,纤维先于树脂断裂或同时断裂,从而充分利用纤维的高强度,大大改善复合材料的力学性能⁴。而在本实验中,加纤维组 Sinfony 标准试件的初次折裂形变远远大于 belleGlass 组。如果树脂能承受更大的形变,玻璃纤维便会承担更大的负荷,其高强度可以得到更加充分的利用,相应表现为折裂力增加,对复合树脂弯曲强度的加强效果会更为明显。本实验中两种树脂加纤维

组的弯曲强度与折裂形变进行相关分析,两者之间具有正相关关系,支持这一设计原则。纤维-树脂结合界面是影响纤维加强效果的重要因素之一。纤维与基体之间的界面结合状态直接影响纤维与基体之间的应力传递,结合不好,就失去了纤维增强的意义⁵。本实验过程中发现,belleGlass 树脂流动性较差,堆到浸润后的纤维表面时,易于分离,而 Sinfony 树脂流动性好,没有以上现象发生。这可能是因为经浸润后的玻璃纤维束与 Sinfony 树脂的结合较好,负荷可以有效地传递至纤维,表现为纤维加强效果较好。以往的研究中⁶,用钢丝和 Kevlar 纤维加强树脂桥也得出效果不良的结果,与本实验中 belleGlass 组相似,加强物与树脂的不良结合是重要的原因。本实验采用 STICK 厂商推荐的玻璃纤维浸润液浸润玻璃纤维,此种浸润液处理后的玻璃纤维可能更适用于 Sinfony 树脂,而对于 belleGlass 树脂,与浸润后的玻璃纤维结合可能相对差一些,最终影响到玻璃纤维对 belleGlass 树脂的加强效果。

belleGlass 加纤维后弯曲强度测试结果离散度较大,其原因可能为:belleGlass 粘稠度高,流动性较差,试件制作时容易形成气泡,同时与纤维结合容易存在缺陷,这些都会影响弯曲强度,因素较多,不易控制,从而最后结果为离散度较大。

鉴于以上实验结果,建议临床在选用复合树脂结合玻璃纤维制作修复体时,应注意复合树脂的延伸率与玻璃纤维相匹配,同时考虑纤维与复合树脂的界面结合效果,以保证良好的加强作用。

[参考文献]

- 1] Smith DC. Recent developments and prospects in dental polymer J. J Prosthet Dent, 1962,12(6):1066-1078.
- 2] Göhring TN, Mörmann WH, Felix Lutz. Clinical and scanning electron microscopic evaluation of fiber-reinforced inlay fixed partial dentures: preliminary results after one year J. J Prosthet Dent, 1999, 82(6): 662-668.
- 3] Freilich MA, Duncan JP, Meiers JC, et al. Preimpregnated, fiber-reinforced prostheses. Part I. Basic rationale and complete-coverage and intracoronal fixed partial denture designs J. Quintessence Int, 1998, 29(11):689-696.
- 4] 王荣国,武卫莉,谷万里. 复合材料概论 M. 哈尔滨:哈尔滨工业大学出版社,1999:21-22.
- 5] 肖长发. 纤维复合材料-纤维、基体、力学性能 M. 北京:中国石化出版社,1995:4-6,10-13,159.
- 6] Powess DB, Nicholls JI, Yodelis RA, et al. A comparison of wire- and kevlar-reinforced provisional restorations J. Int J Prosthodont, 1994,7(1):81-89.

(本文编辑 汤亚玲)