



Anyagvizsgálati módszerek

Dr. Szalóki Melinda Dr. Bukovinszky Katalin,
Dr. Jenei Attila, Dr. Lampé István, Bakó József

Készült: 2015.05.31.

A tananyag elkészítését "Az élettudományi- klinikai felsőoktatás gyakorlatorientált és hallgatóbarát korszerűsítése a vidéki képzőhelyek nemzetközi versenyképességének erősítésére" TÁMOP 4.1.1.C-13/1/KONV-2014-0001 számú projekt támogatta. A projekt az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.



TARTALOMJEGYZÉK

2. ANYAGVIZSGÁLATI MÓDSZEREK	4
2.1 Bevezetés	4
2.2 Anyagvizsgálati módszerek csoportosítása	4
2.3 Roncsolásmentes anyagvizsgálatok.....	5
2.3.1 Röntgendiffrakciós vizsgálat.....	5
2.3.2 Ultrahang vizsgálat.....	7
2.3.3 Infravörös spektroszkópia (IR).....	8
2.3.4 Raman spektroszkópia.....	10
2.3.5 Fourier transzformációs felületi plazmon rezonancia (FT-SPR)	11
2.3.6 Transzmissziós (TEM) és pásztázó elektronmikroszkópia (SEM)	12
2.3.7 Atomerő mikroszkóp (AFM).....	13
2.3.8 Reológia.....	14
2.4 Roncsolásos anyagvizsgálatok	16
2.4.1 Húzószilárdsági vizsgálatok	17
2.4.2 Nyomószilárdság	19
2.4.3 Diametrális húzószilárdság.....	21
2.4.4 Hajlítószilárdság	23
2.4.5 Nyírószilárdság.....	25
2.4.6 Törési ellenállás.....	27
2.4.7 Keménység vizsgálat.....	28
2.4.8 Zsugorodás	30
2.4.9 Zsugorodási feszültség	32
FELADATOK.....	Hiba! A könyvjelző nem létezik.



Felhasznált szakirodalom35



2. ANYAGVIZSGÁLATI MÓDSZEREK

2.1 Bevezetés

A fogászatban sokféle anyagot használunk, eltérő halmazállapotban. Ezek az anyagok eltérő módon reagálnak az őket érő erőhatásokra, amelyeket az anyag fizikai tulajdonságai meghatározzák meg. Az anyagokat különböző fizikai paraméterekkel jellemezhetjük, mint például hővezetés, rugalmasság, szilárdság stb... Az anyagvizsgálat feladata adatokat, információkat nyújtani a felhasználó részére, amely segíthet annak eldöntésében, hogy az adott anyag alkalmas-e az adott felhasználási célra vagy sem.

2.2 Anyagvizsgálati módszerek csoportosítása

Az anyagvizsgálati módszereket többféle képen csoportosíthatjuk.

- a vizsgált anyag a vizsgálat során roncsolódik-e vagy sem: roncsolásos és roncsolásmentes anyagvizsgálatok
- a vizsgált anyagot érő igénybevétel hatása szerint: teljes anyagterfogaatra vagy az anyag felületére ható anyagvizsgálatok
- a vizsgált anyagot érő igénybevétel időbeli lefutása szerint: statikus, dinamikus, ismétlődő vagy ezek kombinációja
- az anyagvizsgáló módszer jellege szerint: kémiai vagy fizikai



A többféle anyagvizsgálati módszerek közül leggyakrabban a roncsolásos és roncsolásmentes csoportosítási szempont használatos.

2.3 Roncsolásmentes anyagvizsgálatok

A roncsolásmentes anyagvizsgálatok további alcsoportokra oszthatóak:

- mechanikai/optikai, mint például szín, repedés, dimenziók, film vastagság, polírozottság.
- áthatoló sugárzás, mint például repedés, elem-eloszlás, idegen test, hiányzó rész, üregek.
- elektronikus és elektromágneses: ötvözet összetétel, keménység, korrózió, repedés, üregesedés, kristályszerkezet, hő és elektromos vezetőképesség vizsgálatára.
- szonikus és ultrasonikus vizsgálatok, mint például repedés-terjedés vizsgálatok, porozitás, kopás.
- termikus és infravörös, mint például kötés, összetétel vizsgálat, vastagság, porozitás.

2.3.1 Röntgendiffrakciós vizsgálat

A röntgendiffrakciós vizsgálatokat röntgensugár felhasználásával végezzük. A röntgen fotonokból álló röntgensugár keresztülhatol a mintán és a mintát alkotó atomok elektronfelhőjével lép kölcsönhatásba. Éppen ezért kristályszerkezeti vizsgálatokban jól alkalmazható. A kristályszerkezet meghatározására több lehetséges módszer létezik, attól függően, hogy az adott anyagot milyen sugárral ütköztetjük (elektron, neutron, röntgen). A kristályos anyagok vizsgálatára alkalmas röntgenkristallográfia alapegyenletét Bragg törvénye írja le, amely összefüggést ad meg a röntgensugár hullámhossza és a rácssíkok közötti távolságok között.

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

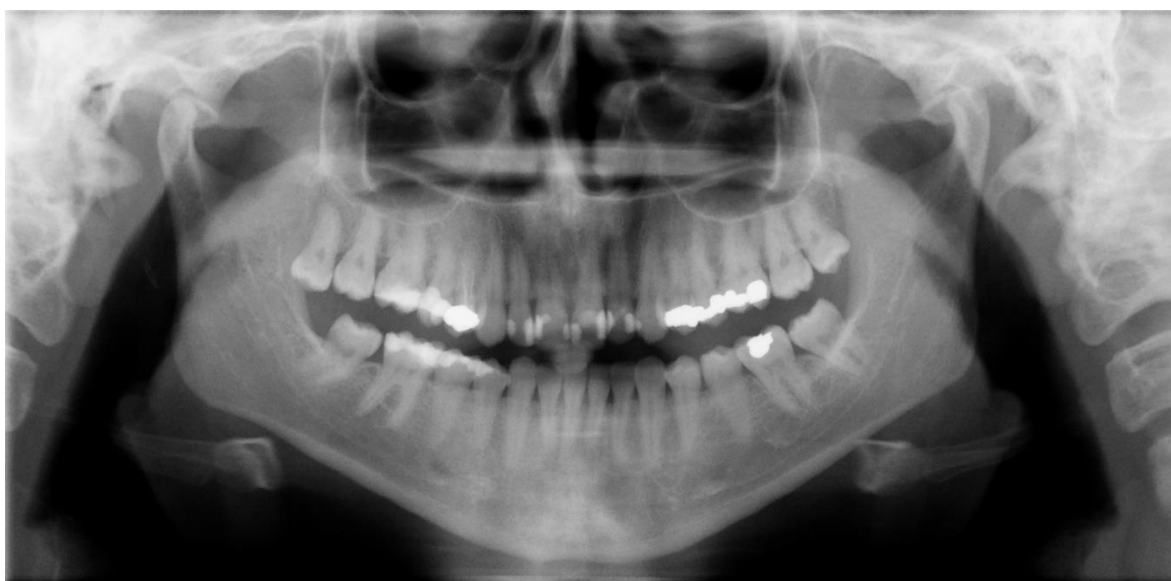
ahol: λ a röntgensugár hullámhossza, [nm], θ a kristálysíkoknak és a beeső röntgensugárral bezárt szöge [°] és d a rácssíkok közötti távolság [m].

Erősítés feltételének megvalósulása után a röntgensugár elhajlási szögéből (Θ) a rácssíkok közötti távolság kiszámolható.

Ezt a látható fénynél kisebb hullámhosszú sugárzást használják az orvosi képalkotó eljárások, úgy mint a CT (Computerized Tomography) vagy a fogászati röntgenkészülék.



1. ábra: Fogászati röntgenfelvétel közbeni fotó





2. ábra: Fogászati röntgen felvétel

A röntgensugár nem csak keresztülhatol az emberi testen, hanem az eltérő szöveteken nem egyformán halad át. A röntgen fotonok detektálására többféle módszer ismert. Az egyik legegyszerűbb és legrégebbi fényképeszeti film alkalmazásával. A legkorszerűbbek félvezető érzékelőkkel detektálják a testen áthaladó röntgen fotonokat.

2.3.2 Ultrahang vizsgálat

Az ultrahang nagyfrekvenciás hanghullám. Ultrahangot piezoelektromossággal, magnetostrikcióval és elektrostrikcióval állíthatunk elő. Bizonyos kristályok felületén elektromos töltés jelenik meg amennyiben megadott tengelyek mentén adott nyomóerőt alkalmazunk. Ilyen kristály például a kvarc, a turmalin. Elektrostrikcióval úgy állíthatunk elő ultrahangot, hogy a kristályon elektromos áramot vezetünk keresztül, így adott tengelyek mentén alakváltozás következik be a kristály szerkezetében, amely periodikus hanghullámok kibocsátását eredményezi. A magnetostrikció elvű ultrahang előállítás azon alapszik, hogy egyes anyagok képesek a mágneses energiát mozgási energiává konvertálni. Példaként említhetőek a kötegelt nikkellémezek. A lemezek közötti tekercsre váltóáramot kapcsolunk, majd az így létrehozott mágneses térben a lemezek gyors alakváltozása hozza létre az ultrahangot. Az ultrahangot jól hasznosítja az orvosi, műszaki gyakorlat és a kémia is. A kisebb intenzitású ultrahang nem okoz roncsolódást a vizsgált mintában. A nagyobb intenzitású ultrahanggal akár kémiai reakciót is elindíthatunk, különböző életfolyamatokat gyorsíthatunk vele, de akár fertőtlenítésre is alkalmas. Az ultrahang diagnosztika piezokristályt alkalmaz. Az emberi fül számára hallhatatlan 1 és 15MHz frekvenciájú hanghullámok az egynemű szövetekben terjed, eltérő szövetek határfelületéről pedig visszaverődik. Az ultrahang detektorba való visszaérkezése annál hamarabb következik be, minél közelebb van a szövet határfelülete.

Kétféle ultrahang vizsgálati módszert ismerünk. A hangátbocsátás elvén alapuló eljárást valamint az impulzus – visszhang módszert. A hangátbocsátásos módszer esetében az ultrahang hullámok egy része keresztülhalad a mintán, majd ezen hullámokat erősítve küldik a detektorba, ahol a jel feldolgozása megtörténik. A hullámot adó és vevő egység a minta két oldalán helyezkedik el, míg az impulzus – visszhang módszer esetében a két egység a minta azonos oldalán helyezkedik el és a külső vagy belső felületekről visszaverődő hullámok kerülnek felerősítésre a detektorba.



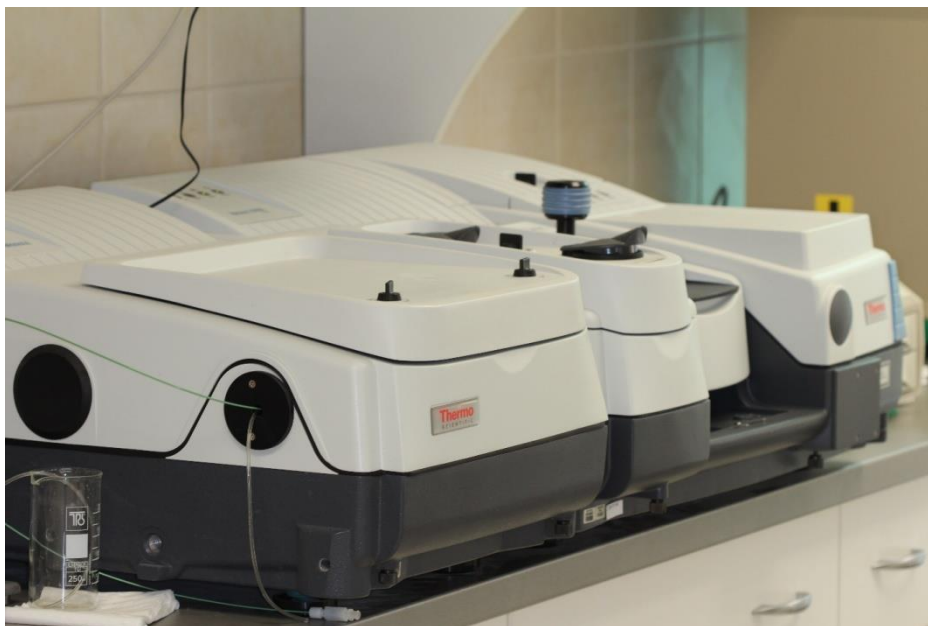
2.3.3 Infravörös spektroszkópia (IR)

Az infravörös sugárzás (IR) egy elektromágneses sugárzás, amelynek hullámhossz tartománya a látható fény és a mikrohullám/rádióhullám hullámhossza között van.

A sugárzás pontosabb felosztása szerint megkülönböztetünk:

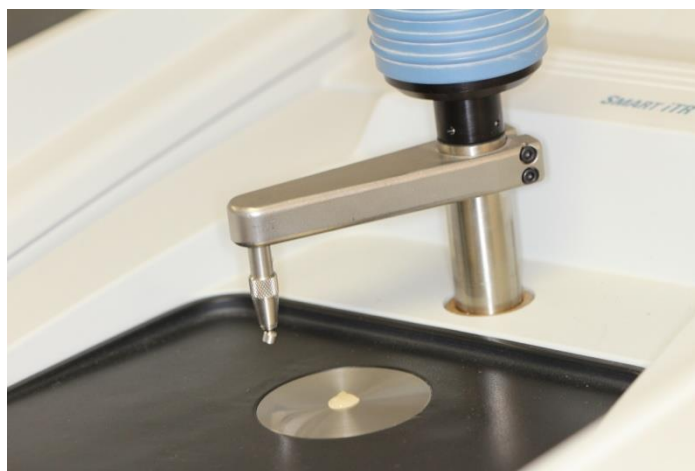
- közeli infravörös sugárzást (NIR, IR-A), mely 0,75-1,4 μm hullámhosszúság tartományban található
- rövid hullámhosszú infravörös sugárzást (SWIR, IR-B), mely a 1,4-3 μm hullámhossz tartományt fedi le
- közepes hullámhosszú infravörös sugárzást (MWIR, IR-C), mely a 3-8 μm hullámhosszú tartományban
- hosszú hullámhosszú infravörös sugárzást (LWIR, IR-C), mely a 8-15 μm közé eső hullámhosszú sugárzást felölelő részt fedi le
- távoli infravörös sugárzást (FIR), amely a 15-1000 μm -es hullámhosszok tartományból áll.

A molekulák rezgése során az őket felépítő atomok egyensúlyi helyzetükből különböző irányban elmozdulhatnak, kötéseik mentén rezeghetnek, foroghatnak, hosszabb molekulák hajladozhatnak. Ezen mozgásokhoz adott mennyiségű, többnyire diszkrét (kvantált) változtatható energia tartozik. A rezgési állapotokban a molekula dipólus momentuma és/vagy polarizálhatósága megváltozik, amely fényelnyeléssel és fénykibocsátással társul. Az IR spektroszkópiai mérések ezen kvantált mozgásokon alapszik. A molekulák mozgásához tartozó kvantált energiák, valamint az infravörös sugarát alkotó fotonok energiája megegyezik. A jellemző diszkrét energiák függenek a kémiai kötés típusától, annak energiájától és a mozgásban résztvevő atom tömegétől. Ezek alapján az atomok közötti kötéstípusokhoz, rezgésekhez rájuk jellemző karakterisztikus jelek (csúcsok) tartoznak, amely a minta minőségi analízisét teszi lehetővé. A módszert kombinálva egy matematikai eljárással, a Fourier transzformációval, egy az eredeti mérés fejlesztett változatát a Fourier-transzformációs Infravörös spektroszkópiát kapjuk (FT-IR).



3. ábra: FT-IR készülék

Ebben az esetben nagyobb fényerő alkalmazása mellett, nagyobb pontosság, és jobb felbontás érhető el. Az FT-IR méréseket kétféle módban végezhetjük. Abszorpciós és reflexiós módon. Abszorpciós módban a mintán keresztül halad az IR fénysugár, reflexiós vagy ATR (attenuated total reflection) módban, a minta felületének pár mikrométeres vastagságáig hatol be a fény és onnan reflektált fényt dolgozzuk fel analitikai jelként.



4. ábra: ATR feltét IR spektroszkópban

A fogászatban IR mérésekkel a fogászati tömőanyagok konverziójának meghatározása kapcsán találkozhatunk. A polimerizációs folyamatról a konverzió ad információt, mely az elreagált, és el



nem reagált reaktív csoportok arányából számítható ki. Ezek szerint a polimerizálatlan kompozit esetében mérhető kettős kötés - arányát kell - viszonyítani a polimerizációt követően kialakult helyzethez, ahol szintén meghatározható a maradék kettős kötések száma. A mérési körülmények változását az ún. belső standard módszerével lehet korrigálni, melyhez aromás kettős kötések használhatunk fel esetünkben. Ennek megfelelően a konverzió mértéke (DC) a polimerizált minta 1610 cm^{-1} -nél mért abszorbanciánál (Abs) mért elnyelésének és az 1637 cm^{-1} -nél mért abszorbanciánál tapasztalt belső standard különbségének, valamint a polimerizálatlan 1610 cm^{-1} -nél mért elnyelésnek, és az ugyanebben az esetben (1637 cm^{-1} -nél) mért belső standard elnyelésnek a különbségének az arányából számítható ki.

$$DC = \frac{(\text{Polimerizált Abs } 1610\text{cm}^{-1} - \text{Polimerizált Abs } 1637\text{cm}^{-1})}{\text{Polimerizálatlan Abs } 1610\text{cm}^{-1} - \text{polimerizálatlan Abs } 1637\text{cm}^{-1}} * 100\%$$

ahol: *DC* a polimerizáció hatásfokát jelző konverzió [%], *Abs* az abszorbancia, vagy fényelnyelés, mely mértékegység nélküli szám.

A mérések alapján monomeregységek polimer struktúrává történő átalakulása nem teljes. A polimerizált tömőanyagban maradnak el nem reagált monomer egységek, amelyek befolyásolják a tömőanyag mechanikai tulajdonságait. Mindezek mellett a tömőanyagból kioldódhatnak és az arra érzékeny pácienseknél allergiás reakciót is kiválthatnak. A IR egy másik fogászati alkalmazása pl. a fogzománc vizsgálati lehetősége. Ebben az esetben hidroxipapatit csúcsainak vizsgálatára nyílik lehetőség, melyen keresztül a különböző fogfehérítők hatását tanulmányozhatjuk. Így a fog szöveteiben végbemenő károsodások is megfigyelhetővé válnak, de a különböző utókezelések hatását is nyomon követhetjük. Azaz a fehérítés, és visszaépülés is detektálható ezzel az analitikai módszerrel.

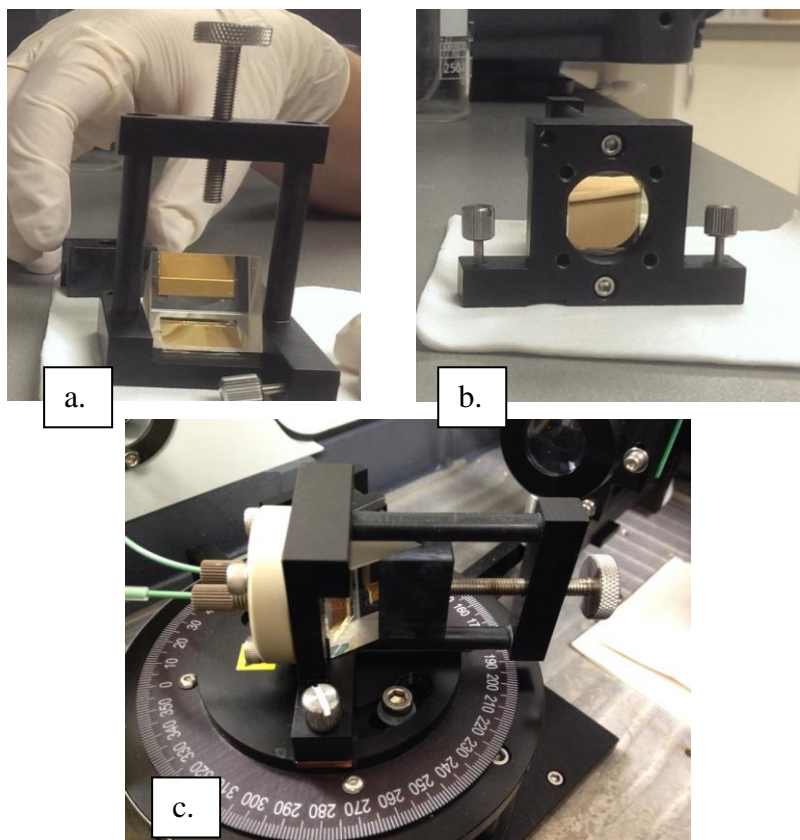
2.3.4 Raman spektroszkópia

A Raman spektroszkópia alapjaiban nagyon hasonlít az IR módszerhez, különbség az analitikai jel előállításának módjában van. Az IR spektrumokat abszorpciós módban vesszük fel, míg a Raman a fényszórás elvén alapuló spektroszkópia. A leggyakoribb mérési elrendezés szerint a mintára merőlegesen szóródó fény kerül detektálásra. A módszer alkalmas gáz, folyadék, szilárd anyag, és határfelületek vizsgálatára is.



2.3.5 Fourier transzformációs felületi plazmon rezonancia (FT-SPR)

A biomolekuláris kölcsönhatások megfigyelésében fontos szerepet tölt be a felületi plazmon rezonancia jelensége. A felületi plazmon jelensége a következő képen értelmezhető. Üveg hordozó felületére vékony fém réteget viszünk fel, amelyre egy p polarizációs fény érkezik. Az üveglap másik oldalára egy prizmat helyezünk. A prizma és az üveglap közzé törésmutató kiegyenlítő folyadék kerül. A fény a fémbe található elektronokat hullámszerű mozgása kényszeríti és egy elektromágneses tér alakul ki a fém közelében, amely erőssége a fém felületétől távolodva exponenciálisan csökken. A chip (prizma/üveglap/arany réteg) egy goniométeren van elhelyezve, így szabályozható a nyaláb beesési szöge. A fém felületén, ha valamilyen adszorpció, deszorpció következik be, a felületről reflektálódott fény törésmutatójában változás következik be, amelyet egy Fourier transzformációs matematikai művelettel igen nagy érzékenységgel detektálni tudunk. A módszer előnye, hogy olyan bioaffinitáson alapuló kölcsönhatások is vizsgálhatóak ezzel a módszerrel, amelyekhez jelölő molekulák lenének szükségesek. A módszer nagy érzékenységgel detektálja a biomolekulák egymáshoz való kötődését. A módszer rugalmasságaként kiemelhető, hogy az arany felület tetszőlegesen egyszerű módon módosítható, így akár adott funkciós csoportok, molekulák köthetők a felülethez, amelyen a biomolekulák kötődését vizsgálni tudjuk. A megfelelő körülmények betartása mellett az FT-SPR technika alkalmas lehet fogászati allergiás mechanizmusban részvevő biomolekuláris kölcsönhatások vizsgálatára.



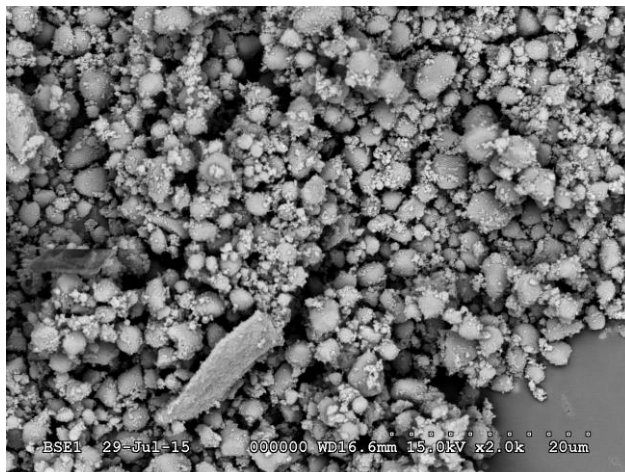
5. ábra: Fourier transzformációs felületi plazmon rezonancia spektroszkóp arany chip behelyezése (a., b.) majd a folyadék áramoltató cellával összeszerelve a goniométeren (c.)

2.3.6 Transzmissziós (TEM) és pásztázó elektronmikroszkópia (SEM)

Az elektronmikroszkópok elektron sugárnyalábot használnak a vizsgálandó tárgy felnagyítására. A transzmissziós elektronmikroszkóp (TEM) esetében a gerjesztett elektronokból álló sugár keresztülhalad a mintán, míg a pásztázó elektronmikroszkóp (angolul: Scanning Electron Microscope) esetében a minta felületéről visszaszóródó sugarakat detektáljuk (hasonlóan az átmenő, illetve visszavert fényt alkalmazó optikai mikroszkópokhoz).

Az elektronmikroszkópok analitikai feltételekkel való kombinálása elég gyakori. Az egyik ilyen lehetőség az energia diszperzív röntgen spektrométer, amely az elektronok által mintából kiváltott karakterisztikus röntgensugárzást detektálja. Ez a sugárzás függ az elektronokat szóró atomok rendszámától, így az összetételtől. Az elektronmikroszkóp sugárnyalábja fókuszálható egy pontba, így a minta adott pontjában az összetétele meghatározható. Az elektronmikroszkópok minták felületének analizálására, a minta alkotóinak morfológiai és

méretbeli meghatározására valamit feltétek használatával minőségi elemzésre használhatóak. A fogászatban gyakran készítenek elektronmikroszkópos felvételeket tömőanyagok törött felületéről, azok töltőanyagáról, dentin/zománc-tömőanyag ragasztott felületekről, plakkokban fellelhető baktériumokról, savazott dentin felületről, implantátum felületéről.



6. ábra: Kompozit tömőanyagban található töltőanyag SEM felvétele

2.3.7 Atomerő mikroszkóp (AFM)

A pásztázó szondás mikroszkópok családjába tartozó vizsgálati módszer. A szondás módszerek közös jellemzője, hogy a mikroszkopikus méretű szonda tapogatja végig a minta felületét, egymással párhuzamos közeli vonalak mentén, amelyből a felület domborzati képe előállítható. A technikák közötti különbség a szonda és a felület kölcsönhatásában van. AFM esetében a szonda és felület között fellépő, általában gyenge, másodrendű Van der Waals típusú erőt mérjük. Ez az erőhatás a minta felületétől távolodva először enyhén vonzó, majd tart nullához. A minta felületének közelében ez a vonzó erő maximumot mutat (ez mindössze néhány atomnyi távolságot jelez a minta és a tű hegye között), majd tovább közelítve a mintához taszító erők lépnek fel. Ez a taszítás ezután már meredeken nő a minta és a tű közötti távolság további csökkenésével. AFM segítségével nanométeres felületi szerkezetek is vizsgálhatók. A pásztázó alagút mikroszkóp (STM: scanning tunneling microscope) esetén a tűt a felülettől állandó távolságban mozgatják és a minta és a tű között kapcsolt elektromos feszültség hatására a mintából kiváltott elektronok áramát mérik: ebből a felületen lévő egyes atomok elektronsűrűségére lehet következtetni (akár 0,1 nm-es) felbontással.



2.3.8 Reológia

Az anyagok folyását és deformációját tanulmányozza külső erők hatására. A reológia három alapvető modellt segítségével jellemzi a testek folyási tulajdonságait. Ezek az ideálisan rugalmas (rugó), ideálisan viszkózus (dugattyú), ideálisan képlékeny testek. Az ideálisan rugalmas vagy más néven Hooke testek, az őket érő külső erőhatásokra azzal arányosan változnak. A testet érő külső nyíróerők hatására rugalmas ellenállás ébred a deformálható testben, ez az ellenállás arányosan változik a deformáció mértékével, míg el nem éri a statikus egyensúlyi állapotot. Majd a külső deformáció megszűnésével a rugalmas test visszanyeri eredeti alakját. Az ideálisan viszkózus anyagok vagy más néven Newtoni testek esetében nem alakul ki statikus egyensúly, csak állandó deformáció, áramlás. Az ideálisan plasztikus testek, vagy más néven Saint-Venant-testeket úgy modellezhetjük, ha egymásra gyengén összekapcsolt hasábokat képzelünk el, amelyre érintőleges (tangenciális) irányú erő hat. A hasábokból álló test egy testként mozog egészen addig, amíg az őt érő külső deformáció meg nem haladja a hasábokat összetartó erőket.

Ezen kívül vannak az összetett testek, amelyek ezek kombinációjából állnak, úgymint a rugalmas folyadékok, viszkoelasztikus anyagok, reális képlékeny anyagok. A rugalmas **folyadékok**, vagy más néven Maxwell-testek, a rugalmas és viszkózus tulajdonságokat egyszerre hordozzák (*sorba kapcsolt* rugó és dugattyú). Példaként tekinthető például a polimerizáció előtti tömőanyag, alginát lenyomatanyag a keverés állapotában, különböző makromolekuláris oldatok, hidrogélek. Az összetett testek következő csoportja, a viszkoelasztikus anyagok vagy más néven Kelvin-testek. Ezek olyan **testek**, amelyek a rugalmas és viszkózus tulajdonságot egyszerre mutatnak (*párhuzamosan kapcsolt* rugó és dugattyú). Példaként említhető a gumi, műanyag, aszfalt, rugalmas fázisban lévő alginát lenyomatanyag, makromolekuláris szilárd testek. Az összetett testek harmadik csoportja a reális képlékeny anyagok vagy más néven Bingham testek. Ezek az anyagok ideálisan képlékeny és ideálisan viszkózus testekre jellemző tulajdonságok kombinációjával írhatóak le. Példaként említhető a festék szuszpenziók, a fémre égetett kerámiák esetében használt porcelán por folyadékkal elkevert szuszpenziója.

Külső erőhatásra a minta viszkozitása csökkenhet (nyírési vékonyodás, szerkezeti viszkozitás vagy pszeudoplasztikus anyagok) vagy nőhet (nyírési vastagodás, vagy dilatáns anyagok). Szerkezeti viszkozitás megjelenése festékeknel, poliéter lenyomatanyagoknál figyelhető meg, a minta külső erő hatására megfolyik. A dilatáns folyadékokra példa lehet a tömény keményítő

oldat vagy a nedves homok, ahol a mintát érő erő hatására a viszkozitás nő. A tixotrópia olyan nyírési vékonyodást jelent, amely idővel visszaáll. Polimerek esetében gyakori jelenség, amely a polimer láncok kigombolyodásával majd eredeti állapotába való visszatérésével jól jellemezhető. A viszkozitás nem csak a nyírófeszültségtől, hanem a minta mikro szerkezetétől is függ. Így a reológiai vizsgálatok során a minták folyási tulajdonságainak számszerű kifejezésén túl az anyag mikrostruktúrájáról is kaphatunk információt. A különböző anyagok viszkozitását reométerekkel mérhetjük meg.

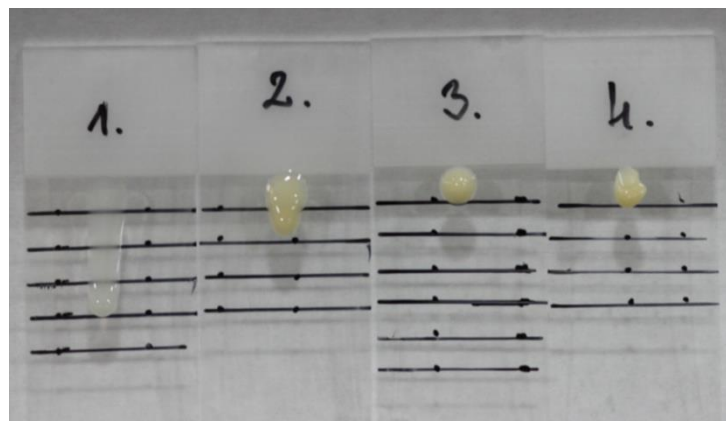


7. ábra: Rotációs viszkoziméter lap-kúp elrendezéssel

A fogászati anyagok használata során a viszkozitás az egyik fontos paraméter. Lenyomatanyagok használatánál fontos, hogy a mintázni kívánt részleteket jól körülfollya. A tömőanyagok területén többféle viszkozitású kapható. A fémre égetett kerámia rendszereknél a fémfelületre felvitt kerámia paszták eltérő viszkozitásúak.



8. ábra: Fantom betétről vett lenyomat magas (lila) és alacsony (sárga) viszkozitású lenyomatanyaggal



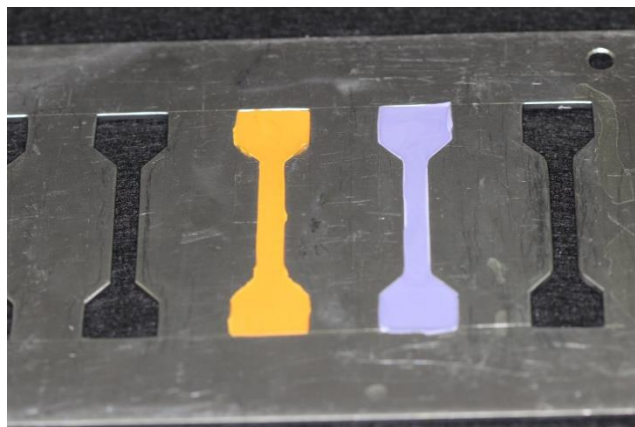
9. ábra: Különböző viszkozitású tömőanyagok. Bizonyos idő elteltével a függőleges pozícióban lévő üveglemezeken a tömőanyagok megfolynak különböző viszkozitásuknak megfelelően.

2.4 Roncsolásos anyagvizsgálatok

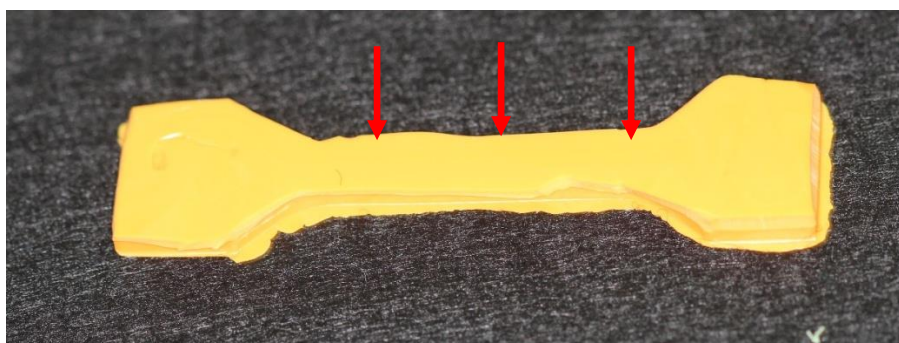
A roncsolásos anyagvizsgálatok során a vizsgálandó minta roncsolódik, mialatt információk kapunk arról, hogy a testet érő erőhatásokkal szemben hogyan viselkedik a vizsgálandó minta. A roncsolás a minta felületét és a minta teljes térfogatát érinthetik. A minta felületében való roncsolásra példaként említhetőek a különféle keménységi vizsgálatok. A minta teljes térfogatában bekövetkező roncsolódás gyakoribb, mint a húzószilárdság, nyomószilárdság vagy a hajlítószilárdság.

2.4.1 Húzószilárdsági vizsgálatok

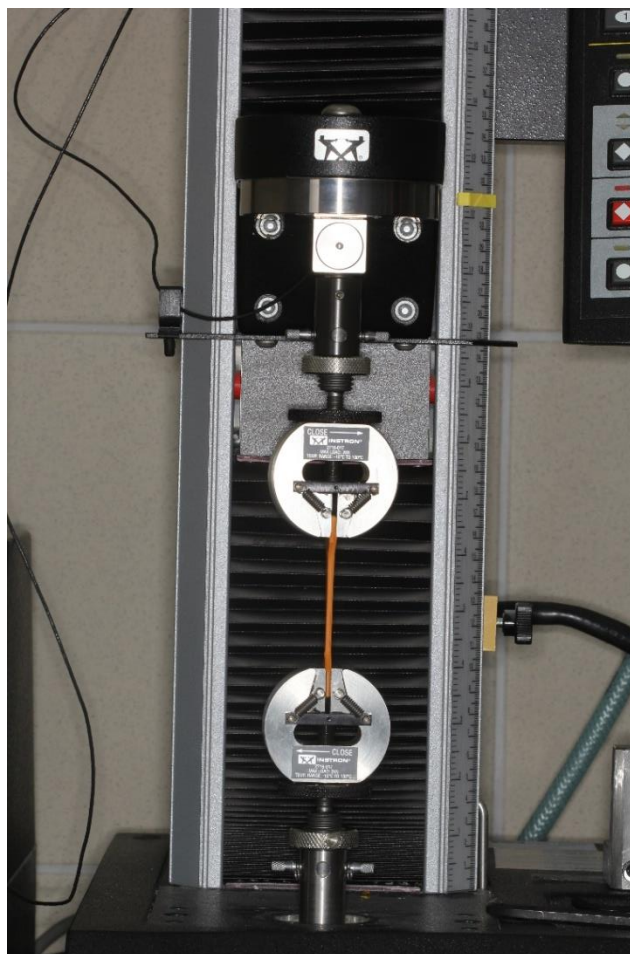
Az anyagok egytengelyű húzóerővel szembeni ellenállásának a meghatározását jelenti. A vizsgálathoz piskóta alakú próbatesteket készítünk erre a célra készült próbatest készítőben.



10. ábra: próbatest készítőben a piskóta alakú próbatest



11. ábra: Piskóta alakú próbatest szakítószilárdsági vizsgálatához. A nyaki résznél három pontban mérjük a próbatest vastagságát, szélességét.

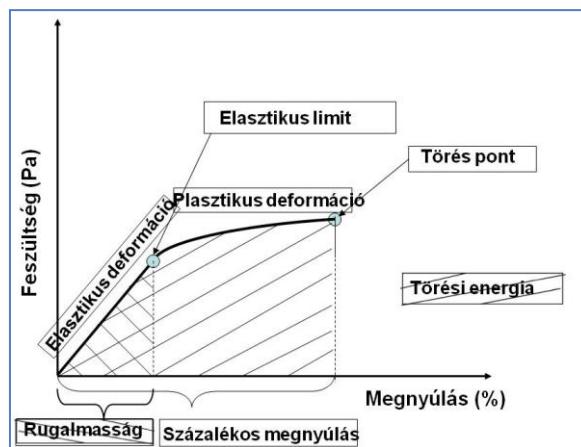


12. ábra: Kis viszkozitású szilikon lenyomatanyag szakítószilárdsági vizsgálata

A próbatestet mechanikai vizsgáló berendezésbe helyezve egytengelyű húzóerőt kifejtve regisztráljuk a próbatest alakváltozását. A vizsgálat eredményeként kapott feszültség – megnyúlás görbe sok információt tartalmaz. A piskóta alakú próbatest egységnyi keresztmetszetére (A) eső húzóerőt (F) húzófeszültségnek nevezzük (σ).

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

ahol: F a húzóerő [N], A próbatest keresztmetszete [m^2].



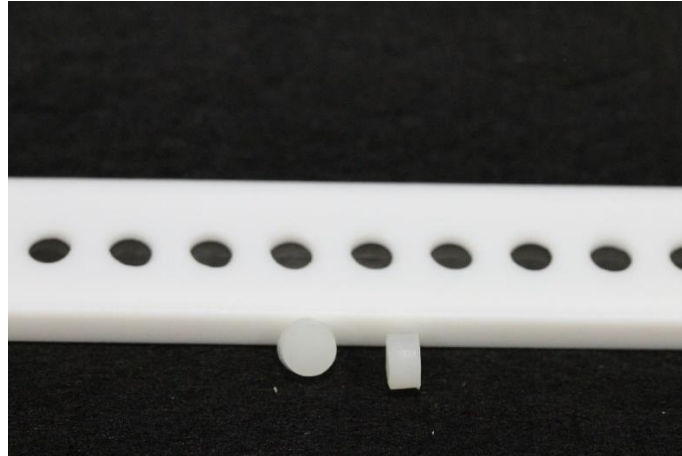
13. ábra: húzószilárdsági vizsgálat feszültség megnyúlás görbéje

A görbe kezdeti szakasza, a rugalmas határig (elasztikus limitig), az elasztikus deformáció szakasza. Ebben a szakaszban a feszültség és a megnyúlás között egyenes arányosság van. A próbatest vizsgálata során, ebben a vizsgálati szakaszban bárhol megszüntetjük a próbatestre ható húzóerőt, a próbatest visszatér eredeti állapotába. Az elasztikus limit pontjától a töréspontig plasztikus (képlékeny) deformáció szakasza következik. Ebben a szakaszban, ha megszűnik a próbatestre ható húzóerő, a próbatest nem képes visszatérni eredeti állapotába, maradandó deformációt szenved. Majd a húzóerő a próbatestben szakadást idéz elő. Az elasztikus deformáció görbeszakasz alatti terület a rugalmassági energiával arányos. A teljes görbe alatti szakaszt törési energiának nevezzük. A görbe kezdeti szakaszából egy adott pontba állított egyenes meredekségéből a rugalmassági modulus (E) határozható meg (Pa). Rugalmasabb tulajdonságú anyagok esetében a görbe meredeksége csökken, azaz egységnyi erő hatására, nagyobb deformáció következik be, és nagyobb megnyúlásra számíthatunk. Ridegebb anyagok vizsgálatakor, ezzel szemben meredekebb a kapott görbe, mivel az egységnyi megnyúláshoz nagyobb erő szükséges, ami természetes módon nagyobb feszültségértéket is eredményez.

2.4.2 Nyomószilárdság

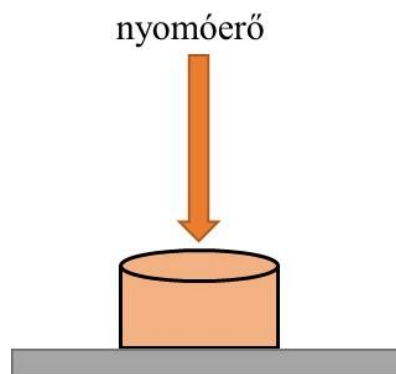
Nyomószilárdsági vizsgálat a minta tömbjének a kötések erősségéből származó (kohézív) ellenállását vizsgálja. A mintában található töltőanyag hatékonyságának jellemzésre gyakran végzett mérési módszer. A tömőanyagokban a töltőanyag és mátrix közötti kapcsolatra következtethetünk a nyomószilárdsági mérésekből. A tömőanyag rágó erő hatására való

teherbírása ezzel a módszerrel jól vizsgálható. A vizsgálat során hengeres alakú próbatestet készítünk erre a célra készített moldban. A próbatestek paramétere 5 mm magas és 5 mm széles.

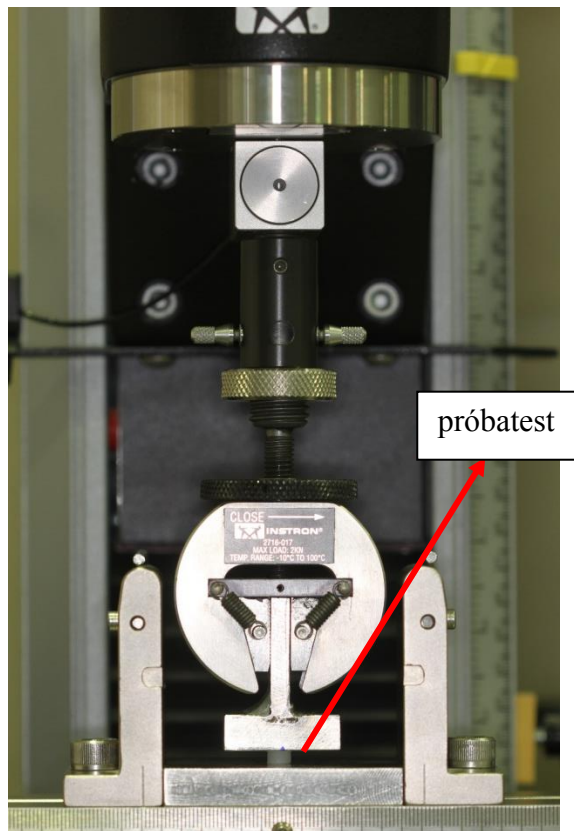


14. ábra: Moldban készült hengeres próbatest

A próbatestet a henger alapjára fektetve helyezzük be a mechanikai vizsgáló berendezésbe. A hengeres próbateste egytengelyű nyomóerőt alkalmazunk a próbatest roncsolásáig.



15. ábra: Nyomóerő kifejtése hengeres próbatestre

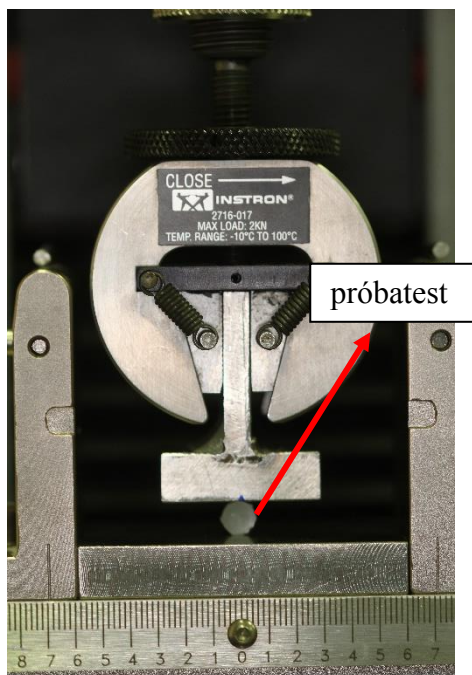


16. ábra: Nyomószilárdsági vizsgálat hengeres próbatettel

A nyomószilárdsági vizsgálatok során, a húzószilárdsági vizsgálatokhoz hasonlóan, nyomófeszültség- deformáció görbét kapunk.

2.4.3 Diametrális húzószilárdság

A diametrális húzószilárdság a vizsgált minta kohezív erejét (alkotó molekulák összetartó erejét) vizsgáljuk. Előnye, hogy gyors, kisebb a mintaigénye a fentebb említett húzószilárdsági vizsgálatokhoz viszonyítva. Hátránya, hogy a minta rugalmasságától függően az érintkezési határfelületeken számolni kell a plasztikus deformációval. A diametrális húzószilárdság mérésekhez a nyomószilárdsághoz hasonlóan hengeres próbatesteket készíthetünk. A próbatest átmérője 6 mm, magassága 3 mm.

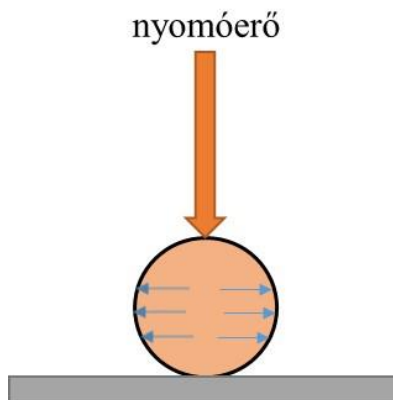


17. ábra: Diametrális húzószilárdság vizsgálat

A próbatestet palástjára fektetve helyezzük a mechanikai tesztelő berendezésbe, amelyre egytengelyű nyomóerőt fejtünk ki és a próbatestben keresztirányban ébredő húzószilárdságot

számoljuk ki a következő képen: $\sigma = \frac{2F}{\pi DT}$

ahol: σ a diametrális húzószilárdság [Pa], F a maximum erő törésnél [N], D a próbatest átmérője [m], T a próbatest magassága [m], π 3,14 értékű konstans.



18. ábra: A próbatestben keresztirányban ébredő húzószilárdság

A nyomófeszültség alakváltozás görbe hasonló alakot ír le a húzószilárdsági vizsgálatoknál leírtakkal.

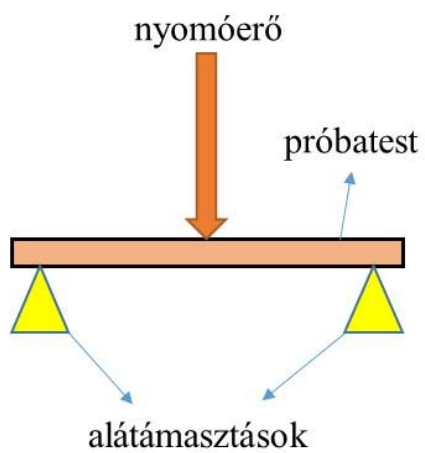
2.4.4 Hajlítószilárdság

Hajlítószilárdsági adatokkal is találkozhatunk egy tömőanyag jellemzése során. Fontos, hogy a tömőanyag megfelelően ellenálló legyen a rágóerő ellen, ugyanakkor elég rugalmas ahhoz, hogy a feszültséget elvezesse. Ezen fizikai paraméterek meghatározására alkalmas ez a vizsgálat. A három pontos hajlítószilárdsági vizsgálatokhoz négyzet alapú hasáb próbatesteket készítenek. A próbatest négyzet alapja 2mm x 2mm, hossza 20 mm.



19. ábra: próbatest készítése folyékony kompozitból

A próbatestek mechanikai tesztelő berendezésbe úgy helyezzük be, hogy a próbatest két szélén alátámasztjuk, közepén a próbatestre merőlegesen nyomóerőt alkalmazunk. A nyomóerő hatására a próbatest eltörik. A hajlító feszültség a próbatest egységnyi keresztmetszetére eső nyomóerőt jelenti. A hajlítófeszültséget az alakváltozás (lehajlás) függvényébe ábrázolva a húzószilárdsági vizsgálatokhoz hasonló görbét kaphatunk.



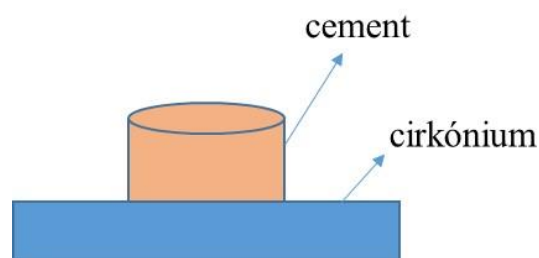
20. ábra: A próbatestre ható erő hárompontos hajlítószilárdsági vizsgálat közben



21. ábra: Hajlítószilárdsági vizsgálat mechanikai tesztelő berendezéssel

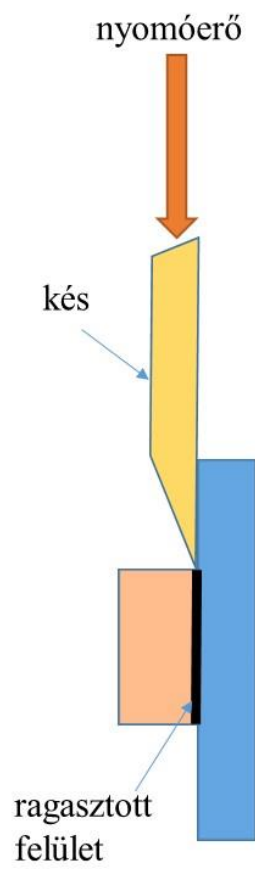
2.4.5 Nyírószilárdság

A nyírószilárdság méréseket a ragasztott felületek adhéziójának vizsgálatára gyakran alkalmazzuk a fogászatban. A leggyakoribb eset cirkónium kerámia és ragasztócement adhéziós vizsgálata. A vizsgálathoz a cirkónium felületén rögzítjük a ragasztó cementet a képen látható módon.

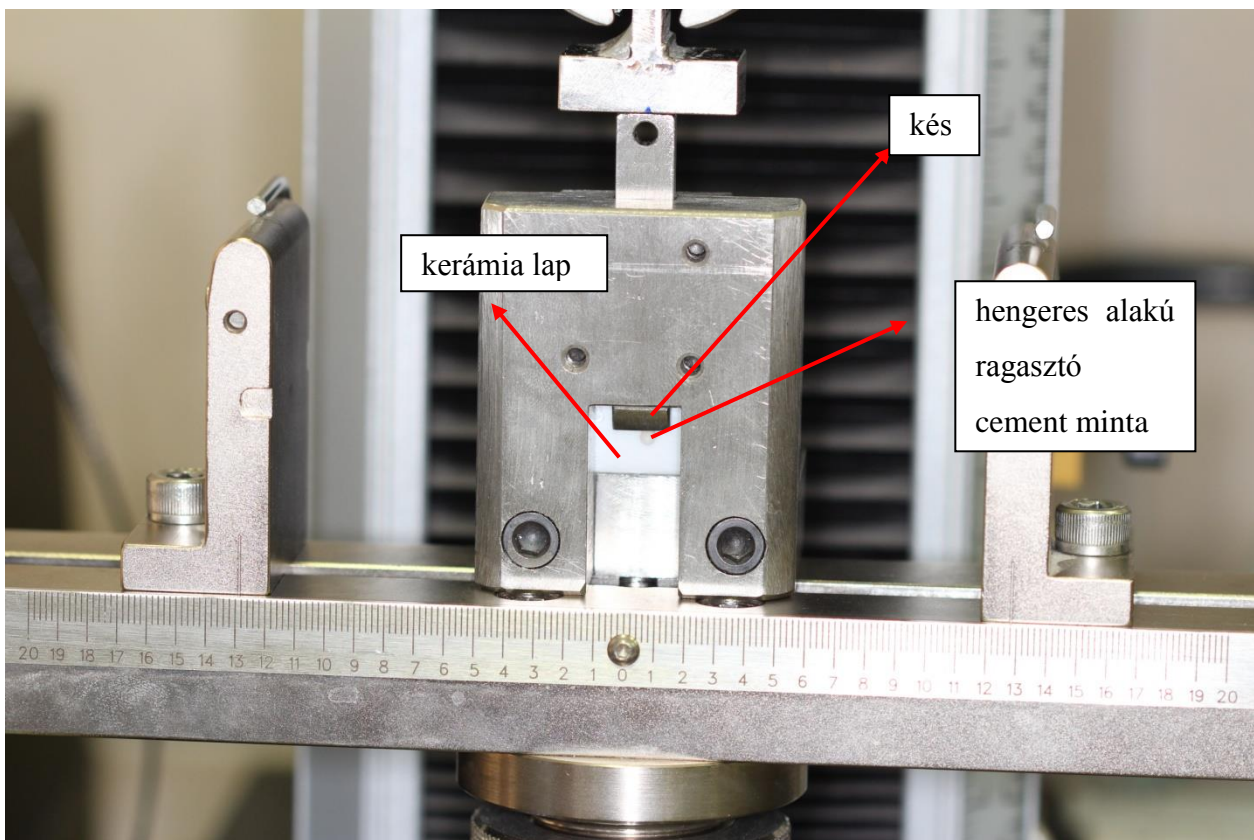


22. ábra: Ragasztott felületek adhéziójának vizsgálatához készült próbatest

Az így elkészített próbatestet mechanikai vizsgáló berendezésbe helyezük, úgy hogy a kés éle az adhéziós felületre merőlegesen fekdjön fel. A késre nyomóerőt kifejtve a ragasztási felületen nyíróerőt fejtünk ki.



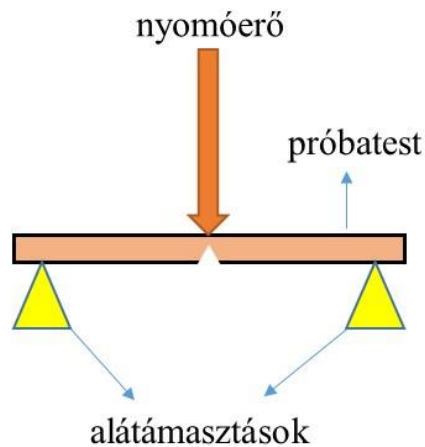
23. ábra: Nyírószilárdság vizsgálathoz a ragasztott felületre ható nyíróerő



24. ábra: Próbatétel elhelyezkedése nyírószilárdság méréshez

2.4.6 Törési ellenállás

A törési ellenállás vizsgálata során a felületi integritás megbontásához szükséges energiát határozzuk meg. Hasonlóan a hajlítószilárdsági vizsgálatokhoz négyzet alapú hasáb próbatesteket készítünk, azzal a különbséggel, hogy a próbatesten egy ismert paraméterekkel rendelkező bemetszést ejtünk és a próbatestet mechanikai vizsgáló berendezésbe helyezzük a képen látható módon.



25. ábra: Törési ellenállás mérése

A próbatesten kialakított bemetszésből repedés indul, amelyhez egy kritikus feszültség növekedési faktor (K_{Ic}) tartozik. Törékeny anyagok jellemzésére gyakran alkalmazott vizsgálati módszer.

2.4.7 Keménység vizsgálat

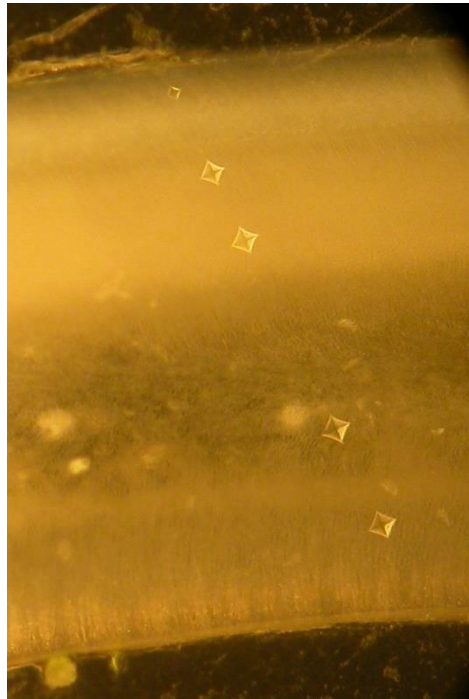
A vizsgálat során az anyag ellenálló képességét vizsgáljuk a felületbe benyomódó szerszám által kifejtett erőhatással szemben. A próbatest felületén szűrőszerszám által hagyott lenyomat paramétereinek mérése alapján számoljuk ki a minta keménységét. A behatoló szerszám anyaga és geometriája különböző lehet, így különféle keménységvizsgálatok ismertek, mint például a Brinell, Vickers, Knopp, Rockwell és a Shore keménységmérés. A fogászati anyagokra a Brinell, Vickers és a Knopp módszer a leginkább használt.

A vizsgálati módszerek közös jellemzője, hogy olcsó és gyors, valamint csak a minta felületén okoz kismértékű roncsolást. Hátránya, hogy az egyes módszerek egymással nem összevethetőek. A különféle módszerek eltérő keménységértéket mutatnak ugyanazon anyagon.

Vickers féle keménységmérés során 136° -kal rendelkező gyémánt gúla véggel rendelkező tűt nyomunk megfelelő ideig és megfelelő nyomóerővel. A nyomóerős a türe helyezett súlyokkal érhetjük el. A felületen hagyott lenyomat négyzet alakú, amelynek a nagysága függ a terheléstől, a terhelés idejétől és az anyag ellenállásától. A négyzet átlóinak lemérésével számoljuk ki a minta Vickers keménységét.

$$HV = 1,854 \cdot \frac{F}{d_1 d_2}$$

ahol: HV a Vickers keménység [kg/m^2], F a tömeg [kg], d_1 és d_2 a lenyomat átlói [m].



26. ábra: Egér metszőfogán mért Vickers keménység vizsgálat során kapott lenyomatok. Kívülről befelé haladva a négyzetek nagyságának változása jól szemlélteti az anyag keménységét

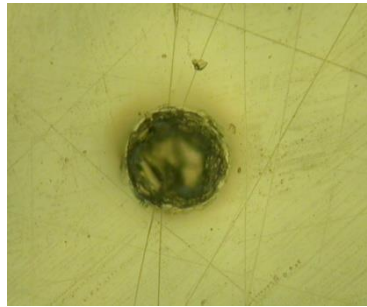
Brinell féle keménységmérés leginkább a fémek keménységének meghatározására használt módszer. A vizsgálat során 10 mm átmérőjű acélgolyót nyomunk 3000 kilogrammsúllyal a vizsgálandó anyag felületébe. A felületen hagyott benyomat átmérőjét mérjük meg, amelyből a keménységet számoljuk.

Knopp féle keménységmérés során a behatoló tű vége gyémánt gúla, hasonlóan a Vickershez, azzal a különbséggel, hogy a gúla egyik átlója hosszabb. A keménység számoláshoz csak a hosszabb átlót mérjük meg.

Rockwell féle keménységmérést főleg acél keménység mérésére használjuk. A behatoló szerszám acél golyó és gyémánt kúp.

Shore féle keménységmérést gumi és polimerek keménységének meghatározására használják. A Shore-A keménységmérésnél alkalmazott behatoló szerszám csonka kúp alakú, lágy anyagok

esetében a behatolási mélység csökkentése végett. A keményebb polimerek esetében alkalmazható Shore-D mérési eljárásnál, viszont erre már nincs szükség, így ott a benyomó szerszám vége 0,1mm rádiuszú kúpforma. Értéke mindkét esetben 0 és 100 között változik.

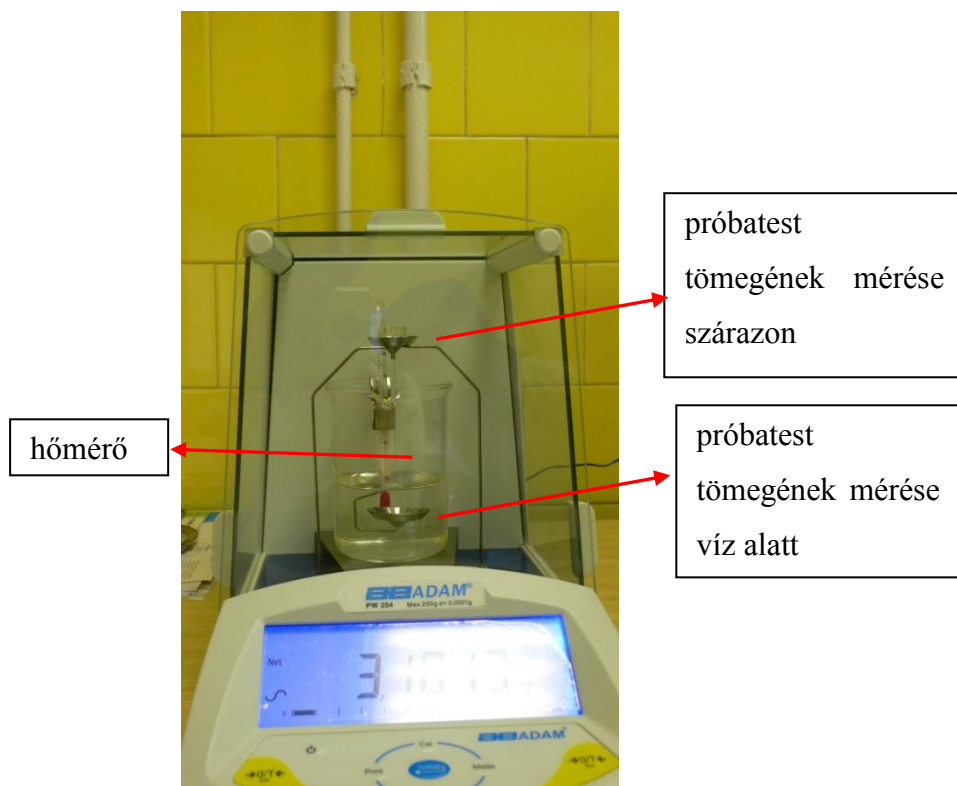


27. ábra: Shore D keménység mérés után kapott lenyomat tömőanyag kompozit gyanta fázisának felületén

2.4.8 Zsugorodás

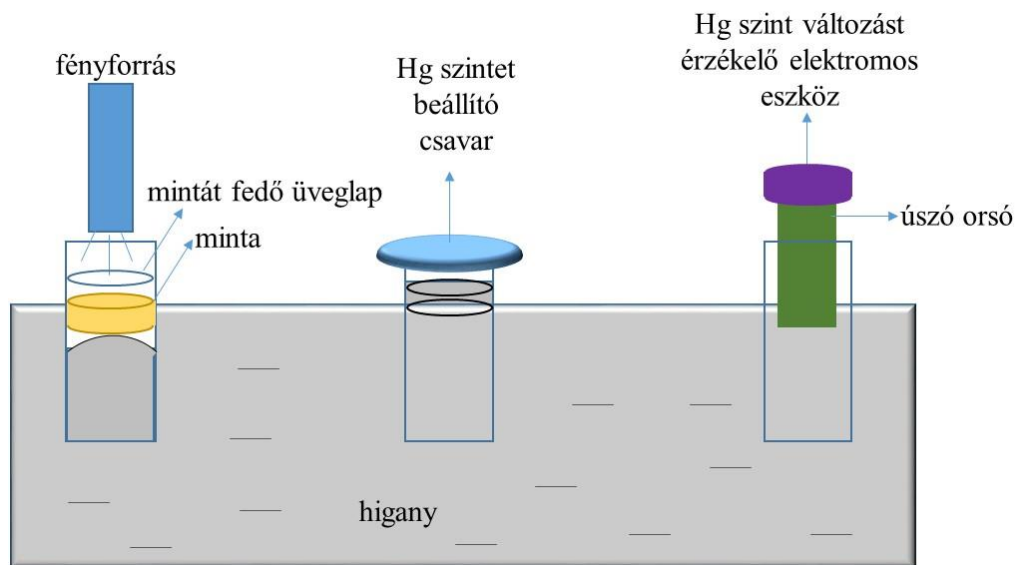
A fogászatban gyakran használt anyag típus a polimer. A polimerek monomer egységekből épülnek fel polimerizációs folyamat során. A kezdeti állapotban a monomerek kitöltik a rendelkezésre álló teret. A polimerizáció során a monomeregységek egymás után láncba kapcsolódnak össze, így a polimerizáció térfogat csökkenéssel jár. A gyártók és a kutatók folyamatos fejlesztéssel azon munkálkodnak, hogy a polimerizációs zsugorodás minél kisebb mértékű legyen. Teszik ezt többek között új molekulák szintézisével, a töltőanyag mennyiségének növelésével. A térfogatos kontrakció, olyan esetekben ahol a dimenzió stabilitás fontos (pl. a tömés, vagy lenyomat) hátrányos tulajdonságként tartható számon. A polimerizációs zsugorodás meghatározására többféle módszer ismert. Szabvány nem létezik, így ezeknek az összehasonlítása nagyon nehéz.

Polimerizációs zsugorodás, mivel térfogatváltozással van összefüggésben, analitikai mérlegre szerelhető sűrűség meghatározó feltétellel is megmérhetjük. A mérés során ismert tömegű minta térfogatát határozzunk meg szárazon és víz alá merítve, polimerizáció előtt és után.



28. ábra: Zsugorodás meghatározása analitikai mérlegre applikálható sűrűség meghatározó feltétellel

A másik legismertebb módszer a higanyos dilatométer módszere. A higany nagy sűrűségű, folyékony fém. A környezet apró változásaira érzékenyen reagál, így akár néhány térfogat%-os változásra is érzékenyen reagál. A higany egy közlekedő edényben van, amelynek három bemeneti nyílása van. Az egyik nyílásban egy csavar található, amellyel a higany szintjét kalibráljuk mérés előtt. A második nyílásba helyezük a polimerizálatlan mintát, amelyet polimerizálni fogunk fogászati lámpával. A harmadik nyílásban egy higanyszint elmozdulást érzékelő található, amely a jelet küldi feldolgozásra. A higanyos dilatométerrel valós időben mérhetjük a kompozitok zsugorogását.



29. ábra: Higanynos dilatométer

Zsugorodás jelensége a lenyomatanyagoknál is megfigyelhető. A lenyomatanyagok zsugorodásának mérésére gyakran ADA 19 szabvány használatos. A próbatest készítő egy fém henger, amelynek felületén 25 mm-enként barázdák találhatóak. A lenyomatanyagot, megkeverése után, a próbatest készítőbe helyezük és 32 °C vízfürdőbe helyezük. A lenyomatott adott idő után eltávolítjuk a próbatest készítőből és Abbe-féle komparátorral mérjük meg a barázdák távolságát. A lenyomatanyag kötése után mért barázdák távolságainak az eredeti távolságok összevetésével határozhatjuk meg az adott lenyomat anyag zsugorodását.

2.4.9 Zsugorodási feszültség

A polimerizációs zsugorodási feszültség általában akkor lép fel, ha a tömőanyagot a preparált fog üregbe helyezük és az anyag polimerizációja közben fellépő zsugorodás a kavitás falaira húzóerőt gyakorol. Gyakran ez a húzóerő akkora is lehet, amely csücsök elhajlást, törést is okozhat. A zsugorodási feszültség mérésére sem létezik egységes módszer. Az irodalomban megtalálható mérési metodikák mindegyike igyekszik visszaadni azokat a körülményeket, amely az alkalmazás során lép fel. Az általunk bemutatott módszerben két üveg rudat állítottunk fel egymással szembe egymástól 8 mm távolságra. Az üveg rudak felületét homokkal fűjjük be a jobb adhézió érdekében.



30. ábra: Fotopolimerizációs zsugorodási feszültség mérése mechanikai tesztelő berendezésbe

A vizsgálandó mintát ebbe a 8 mm-es résbe töltjük be és erre a pozícióra kalibráljuk a mechanikai tesztelő berendezés erőmérő celláját. Alulról fogászati lámpával világítjuk meg, amelynek hatására a kompozit polimerizál. A polimerizációs során zsugorodik, térfogata csökken, így az eredetileg 8 mm-re beállított üveg rudak távolsága csökkenni fog. Ezt a húzóerőt regisztrálja az erőmérő cella és ebből számoljuk ki a minta zsugorodási feszültségét. A vizsgálattal az egész fotopolimerizációs idő alatt nyomon követhetjük a kompozit zsugorodása közben üveg rudak felületére ható húzóerőt. Ezen mérések csak megbecsülik a polimerizációs feszültséget. A valós értékektől kisebb vagy nagyobb irányban eltérhetnek, attól függően milyen vizsgálati módszert választunk a polimerizációs zsugorodás értékének meghatározására. Azokban a módszerekben, amelyek a két üvegrúd közötti távolságot állandó értéken tartják, általában a mért érték alulbecsült a valós értékhez viszonyítva. Amelyek engedik a távolságot mérés közben változni, azok a módszerek általában túlbecsülik a polimerizációs zsugorodás értéket. Utóbbi esetben a rendszer tehetetlenségét is belemérik a mért adatokba. A fentebb részletezett módszer az utóbbi, kissé túlbecsült vizsgálati módszer csoportjába tartozik.



ALKALMAZOTT JELÖLÉSEK JEGYZÉKE

CT Computerized Tomography

IR Infravörös spektroszkópia

FT-IR Fourier-transzformációs Infravörös spektroszkópia

FT-SPR Fourier-transzformációs Felületi Plazmon Rezonancia

TEM Transzmissziós elektronmikroszkóp

SEM Pásztázó elektronmikroszkóp

AFM Atomerő mikroszkóp



FELHASZNÁLT SZAKIRODALOM

- [1] William J. O'BRIEN: *Dental Materials and Their Selection*. USA, IL: Quintessence Publishing Co, Inc, 2002. -ISBN 086 715 4063
- [2] Ronald L. SAKAGUCH, John M. POWERS: *Craig's Restorative Dental Materials*. USA, Philadelphia: ELSEVIER, Mosby, 2012. -ISBN 978 032 3081085
- [3] Kenneth J. ANUSAVICE: *Phillips' Science of Dental Materials*. USA, St. Louis: ELSEVIER SCIENCE, SAUNERS, 2003. -ISBN 072 169 3873
- [4] DAMJANOVICH Sándor, FIDY Judit, SZÖLLŐSI János: *Orvosi biofizika*. Budapest, Medicina Kiadó, 2006. -ISBN 963 226 0244
- [5] BAKÓ József, KELEMEN Máté, SZALÓKI Melinda, VITÁLYOS Géza, RADICS Tünde, HEGEDŰS Csaba: *Fogsor alaplemezből kioldódó allergének kötődésének vizsgálata Fourier-Transzformációs Felületi Plazmon Rezonancia (FT-SPR) módszerrel*. –In: Fogorvosi Szemle, 2015., I. évf. 108. szám. –p. 13-18.
- [6] CRAIG RG, FARAH JW: *Stress analysis and design of single restorations and fixed bridges*. –In: Oral Sciences Reviews, 1977., 10. szám. –p. 45-74.
- [7] LLOYD CH, IANNETTA RV: *The fracture toughness of dental composites. I. The development of strength and fracture toughness*. –In: Journal of Oral Rehabilitation, 1982., I. évf. 9. szám. –p. 55-66.



- [8] KORAN A, POWERS JM, CRAIG RG: *Apparent viscosity of materials used for making edentulous impressions*. -In: Journal of the American Dental Association, 1977., I. évf. 95. szám. -p. 75-9.
- [9] COOK WD: *Permanent set and stress relaxation in elastomeric impression materials*. . -In: Journal of Biomedical Materials Research, 1981., 15. szám. -p. 449–463.
- [10] SAKAGUCHI RL, SHAH NC, LIM BS, et al: *Dynamic mechanical analysis of storage modulus development in light-activated polymer matrix composites*. -In: Dental Materials, 2002., III. évf. 18. szám. -p. 197-202.
- [11] MOHSEN NM, CRAIG RG, FILISKO FE: *The effects of different additives on the dielectric relaxation and the dynamic mechanical properties of urethane dimethacrylate*. –In: Journal of Oral Rehabilitation, 2000., III. évf. 27. szám. -p. 250-268.
- [12] SATTERTHWAITTE D. Julian, VOGEL Karin, WATTS C. David: *Effect of resin-composite filler particle size and shape on shrinkage-strain*. –In: Dental Materials, 2009., XII. évf. 25. szám. -p. 1612-1615.
- [13] KAWARA Misao, IWASAKI Masatoshi, IWATA Yoshihiro, KOMODA Yoshihiro, INOUE Sayumi, KOMIYAMA Osamu, SUZUKI Hiroshi, KUROKI Toshikazu, HASHIZAKI Kaname: *Rheological properties of elastomeric impression materials for selective pressure impression technique*. –In: Journal of Prosthodontic Research, 2015., In Press
- [14] SZALÓKI Melinda, GÁLL József, BUKOVINSZKI Katalin, BORBÉLY János, HEGEDŰS Csaba: *Synthesis and characterization of cross-linked polymeric nanoparticles and their composites for reinforcement of photocurable dental resin*. –In: Reactive and Functional Polymers, 2013., III. évf. 73. szám. -p. 465-473
- [15] BUKOVINSZKY Katalin, MOLNÁR Lilla, BAKÓ József, SZALÓKI Melinda, HEGEDŰS Csaba: *Folyékony kompozitok és töltetlen kompozit gyanta polimerizációs zsugorodásának összehasonlító vizsgálata*. –In: Fogorvosi Szemle, 2014., 107. évf. 1. szám. -p. 3-8.
- [16] LAMPÉ István, HEGEDŰS Csaba: *Addíciós szilikon lenyomatanyag zsugorodásának összehasonlító vizsgálata pisztolyos és kézi keverés esetén*. –In: Fogorvosi Szemle, 2002., 95 évf. 6.szám -p. 249-252.