

lek. dent. Bartosz Bienias

**Analiza porównawcza światłoutwardzalnego materiału
złożonego wzmocnionego wybranymi włóknami
sztucznymi**

Comparative analysis of a light-cured composite material
reinforced with selected synthetic fibers

**Rozprawa na stopień doktora nauk medycznych i nauk o zdrowiu
w dyscyplinie nauki medyczne
przedkładana Radzie Dyscypliny Nauk Medycznych
Warszawskiego Uniwersytetu Medycznego**



Promotor: prof. dr hab. n. med. Jolanta Kostrzewa-Janicka

Promotor pomocniczy: dr n. med. Kamila Wróbel-Bednarz

Katedra Protetyki Stomatologicznej
Wydział Lekarsko-Stomatologiczny

Warszawa 2023

Słowa kluczowe:

Kompozyt wzmocniony włóknami (FRC)

Włókna szklane

Włókna węglowe

Włókna aramidowe

Wytrzymałość mechaniczna FRC

Key words:

Fiber-Reinforced Composite (FRC)

Glass fibers

Carbon fibers

Aramid fibers

Mechanical strength of the FRC

Pamięci Mojego Mistrza
Doktorowi Wojciechowi Michalskiemu
(1950 – 2019)

Spis treści

1. Wykaz stosowanych symboli, skrótów i akronimów	8
2. Streszczenie w języku polskim	10
3. Streszczenie w języku angielskim	15
4. Wstęp	20
4.1. Materiały złożone (kompozyty) – ogólna charakterystyka.....	20
4.2. Kompozyty stosowane w stomatologii	21
4.2.1. Kompozyty wzmacniane włóknami sztucznymi	26
4.2.2. Wybrane włókna wzmacniające stosowane w kompozytach stomatologicznych.....	28
4.2.2.1. Włókna szklane.....	29
4.2.2.2. Włókna węglowe.....	31
4.2.2.3. Włókna aramidowe.....	33
4.3. Zmiany strukturalne w kompozytach wzmacnianych włóknami ciągłymi.....	35
5. Cel pracy	38
6. Materiał do badań	39
6.1. Rozkład próbek.....	40
6.2. Materiał do badań wytrzymałościowych.....	42
6.2.1. Sposób wykonania próbek.....	42
6.2.2. Wykonanie próbek grupy kontrolnej.....	44
6.2.3. Wykonanie próbek grupy badanej.....	46
6.2.3.1. Przygotowanie włókien sztucznych.....	46
6.2.3.2. Próbki wzmocnione jednym pojedynczym pasmem włókien sztucznych.....	47
6.2.4. Próbki wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych.....	48
6.2.5. Warunki przechowywania oraz obróbka próbek przed wykonaniem badań wytrzymałościowych.....	49
6.3. Materiał do badań mikroskopowych.....	50
6.3.1. Materiał do badań w mikroskopie cyfrowym.....	50

6.3.2. Materiał do badań w skaningowym mikroskopie elektronowym (SEM).....	50
6.3.2.1. Przygotowanie przełomów próbek.....	50
6.3.2.2. Przygotowanie zglądów próbek.....	51
7. Metody badań.....	53
7.1. Badania wytrzymałościowe.....	53
7.1.1. Parametry wytrzymałościowe.....	56
7.2. Mikroskopowe badania strukturalne.....	58
7.2.1. Obserwacje mechanicznych zmian strukturalnych z zastosowaniem mikroskopu cyfrowego.....	58
7.2.2. Obserwacje mechanicznych zmian strukturalnych z zastosowaniem SEM.....	59
8. Metody analizy statystycznej.....	60
9. Wyniki badań.....	61
9.1. Wyniki badań wytrzymałościowych.....	61
9.1.1. Maksymalna siła zginająca	61
9.1.2 Strzałka ugięcia.....	62
9.1.3. Wytrzymałość na zginanie.....	63
9.1.4. Moduł Younga.....	64
9.2. Wyniki obserwacji zmian strukturalnych	66
9.2.1. Wyniki obserwacji przy użyciu mikroskopu cyfrowego.....	66
9.2.2. Wyniki obserwacji w SEM.....	81
10. Analiza statystyczna wyników badań.....	96
10.1. Badanie związków oraz rozkładów między grupą kontrolną a pozostałymi grupami w zakresie czterech parametrów wytrzymałościowych.....	96
10.1.1. Kontrola danych w kierunku wartości ekstremalnych i odstających.....	96
10.1.2. Sprawdzenie założeń testów statystycznych	98
10.1.3. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL 1.....	99
10.1.4. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą WGL 1	101
10.1.5. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą AMD 1.....	103

10.1.6. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL-WGL 1.....	105
10.1.7. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL-AMD 1.....	107
10.1.8. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą WGL-AMD 1.....	109
10.1.9. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL 2.....	111
10.1.10. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą WGL 2.....	113
10.1.11. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą AMD 2.....	115
10.1.12. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL-AMD 2.....	117
10.1.13. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą WGL-AMD 2.....	119
10.1.14. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL-WGL 2.....	121
10.2. Porównanie rozkładów między grupami z jednym pojedynczym pasmem włókien a grupami z dwoma pojedynczymi pasmami włókien w zakresie czterech parametrów wytrzymałościowych.....	123
10.2.1. Porównanie rozkładów między grupą SKL 1 a grupą SKL 2.....	123
10.2.2. Porównanie rozkładów między grupą WGL 1 a grupą WGL 2.....	124
10.2.3. Porównanie rozkładów między grupą AMD 1 a grupą AMD 2.....	126
10.2.4. Porównanie rozkładów między grupą SKL-AMD 1 a grupą SKL-AMD 2.....	127
10.2.5. Porównanie rozkładów między grupą WGL-AMD 1 a grupą WGL-AMD 2.....	128
10.2.6. Porównanie rozkładów między grupą SKL-WGL 1 a grupą SKL-WGL 2.....	129

11. Dyskusja.....	131
12. Wnioski.....	149
13. Piśmiennictwo.....	150
14. Spis rycin.....	165
15. Spis fotografii.....	171
16. Spis tabel.....	172
17. Spis wykresów.....	174
18. Opinia Komisji Bioetycznej.....	175
19. Załącznik nr 1.....	176

1. Wykaz stosowanych symboli, skrótów i akronimów

AMD 1	próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem włókien aramidowych
AMD 2	próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien aramidowych
b	szerokość próbki
Bis-GMA	dimetakrylan eteru diglicydowego bisfenolu A
CAD/CAM	(ang. <i>Computer-Aided-Design/Computer-Aided-Machining</i>) Komputerowo wspomagane projektowanie/Komputerowo wspomagane wytwarzanie
DMAPE	4-N,N-dimetyloamino-fenyl etanol
E	moduł Younga
EDMAB	benzoesan 4-dimetyloamino etylu
F_{max}	maksymalna siła zginająca
FPF	(ang. <i>First Path Failure</i>) pęknięcie pierwszej warstwy
FRC	(ang. <i>Fiber-Reinforced Composite</i>) kompozyt wzmocniony włóknami
h	wysokość próbki
HEMA	metakrylan 2-hydroksyetylu
I	natężenie prądu
J	moment bezwładności przekroju próbki
KONT	próbki kompozytu bez dodatku włókien sztucznych
l	długość próbki między podporami
LED	(ang. <i>Light-Emitting Diode</i>) dioda elektroluminescencyjna emitująca światło
M_{g max}	moment zginający
MPTS	3-metakryloksypropylotrimetoksysilan
PAN	poliakrylonitryl
PPTA	politereftalano-1,4-fenylodiamid
Q₂₅	dolny kwartyl
Q₇₅	górnny kwartyl
QTH	(ang. <i>Quartz-Tungsten Halogen</i>) lampa halogenowa kwarcowo-wanadowa

SEM	(ang. <i>Scanning Electron Microscope</i>) skaningowy mikroskop elektronowy
SKL 1	próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem włókien szklanych
SKL 2	próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien szklanych
SKL-AMD 1	próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem hybrydy włókien szklanych i aramidowych
SKL-AMD 2	próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami hybrydy włókien szklanych i aramidowych
SKL-WGL 1	próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem hybrydy włókien szklanych i węglowych
SKL-WGL 2	próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami hybrydy włókien szklanych i węglowych
t	czas
TEGDMA	dimetakrylan glikolu trietylenowego
TFS	(ang. <i>Three Point Flexure Strength</i>) test na zginanie trójpunktowe
U	napięcie prądu
UDMA	dimetakrylan uretanu
WGL 1	próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem włókien węglowych
WGL 2	próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien węglowych
WGL-AMD 1	próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem hybrydy włókien węglowych i aramidowych
WGL-AMD 2	próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami hybrydy włókien węglowych i aramidowych
ϵF_{max}	strzałka ugięcia
λ	długość fali
σ	wytrzymałość na zginanie

2. Streszczenie w języku polskim

Wstęp

Obecne zalecenia małoinwazyjnej stomatologii stawiają ogromne wymagania w stosunku do światłoutwardzalnych materiałów złożonych (kompozytów). Główne kierunki badań prowadzonych w celu poprawy parametrów fizyko-chemicznych kompozytów skupiają się na wprowadzaniu włókien sztucznych (ang. *Fiber-Reinforced Composite*, FRC), stanowiących fazę wzmacniającą przy jednoczesnym zmniejszeniu ciężaru materiału złożonego. Najczęściej stosowane są włókna szklane, dużo rzadziej włókna węglowe i poliamidowe (alifatyczne, np. nylon lub aromatyczne, np. aramid). W konstrukcjach typu FRC rolą włókien jest poprawa właściwości mechanicznych polimerowej macierzy organicznej. Uzupełnienia wykonane z kompozytu wzmocnionego włóknami sztucznymi są lżejsze w porównaniu z tymi, które wykonane są z tradycyjnych materiałów, takich jak ceramika lub metal. Wysoka wytrzymałość mechaniczna sprawia, że FRC posiadają zdolność skutecznej kompensacji sił zgryzowych. Pożądana odporność na działanie sił, przy zachowaniu niewielkiej masy spoczynkowej włókien wzmacniających, sprawiają, że FRC znalazły szerokie zastosowanie w wielu dziedzinach stomatologii, takich jak protetyka, stomatologia zachowawcza, implantologia, periodontologia czy ortodoncja. Kompozyty FRC nie są jednak bez wad i podatne są na procesy zmian strukturalnych, które na ogół powodują niekorzystne zmiany właściwości mechanicznych oraz innych charakterystyk tych materiałów. W większości pozycji literatury odnoszącej się do analizy kompozytów FRC i mechanizmów ich niszczenia wyróżnia się charakterystyczne dla nich, najczęściej występujące po sobie etapy degradacji: pęknięcie osnowy (imperfekcje), delaminacje związane z pękaniem adhezyjnym (pęknięcie włókno-osnowa oraz pęknięcie warstwy) zniszczenie włókien, które mogą prowadzić do całkowitej degradacji FRC. Z tego powodu określenie właściwości materiałów możliwych do wykorzystania w wykonawstwie uzupełnień protetycznych wydaje się zasadne.

Cel pracy

Głównym celem pracy była ocena danych dotyczących cech fizyko-mechanicznych materiałów mogących mieć zastosowanie w wykonawstwie stałych uzupełnień protetycznych wzmocnionych włóknami: klasycznych mostów

wykonanych z kompozytu i mostów specjalnych (adhezyjnych), koron kompozytowych oraz wkładów koronowo-korzeniowych.

Zaplanowano cele szczegółowe pracy:

1. Ocena parametrów wytrzymałościowych materiału złożonego wzmocnionego jednym pojedynczym pasmem włókien sztucznych.
2. Ocena parametrów wytrzymałościowych materiału złożonego wzmocnionego dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych.
3. Analizę porównawczą parametrów wytrzymałościowych materiału złożonego wzmocnionego jednym pojedynczym a dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych.
4. Analizę mechanicznych zmian strukturalnych powstałych w wyniku badań wytrzymałościowych.
5. Ocena wad w układzie materiał włókno sztuczne powstałych na etapie wytwarzania próbek.

Materiał i metody

Materiał do badań obejmował próbki kompozytu wzmocnionego pojedynczymi (jednym lub dwoma) pasmami włókien. Zastosowano pasma włókien: szklanych (SKL), węglowych (WGL) i aramidowych (AMD) oraz stworzonych na potrzeby tej pracy pasma hybrydowe: szklano-węglowe (SKL-WGL), węglowo-aramidowe (WGL-AMD) oraz szklano-aramidowe (SKL-AMD). W badaniach użyto światłoutwardzalny kompozyt Gradia Direct Posterior w kolorze A2 (*GC Corporation, Tokyo, Japonia*) oraz kompatybilny z kompozytem materiał łączący G Bond (*GC Corporation, Tokyo, Japonia*). Wzmocnienie kompozytu stanowiły pasma wyżej wymienionych włókien połączone ze sobą bez skrętu. Stosunek wagowy włókien we wszystkich hybrydach wynosił 1:1.

Badaniom poddano łącznie 130 próbek, w tym grupę badaną stanowiło łącznie 120 próbek kompozytu z obecnością włókien sztucznych zastosowanych jako wzmocnienie i grupę kontrolną (KONT), która obejmowała serię 10 próbek kompozytu bez dodatku włókien. Grupę badaną podzielono na dwie podgrupy, z których każda składała się z 6 serii po 10 próbek. Próbki w podgrupie pierwszej wzmocniono jednym pojedynczym pasmem włókien sztucznych (SKL 1, WGL 1, AMD 1, SKL-WGL 1, WGL-AMD 1, SKL-AMD 1), natomiast próbki w podgrupie drugiej wzmocniono dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych

(SKL 2, WGL 2, AMD 2, SKL-WGL 2, WGL-AMD 2, SKL-AMD 2). Próbki do badań wytrzymałościowych zostały przygotowane zgodnie z wytycznymi Międzynarodowej Normy PN-EN ISO 4049:2019-07. Próbki poddano badaniom wytrzymałościowym w postaci testu na zginanie trójpunktowe TFS (*ang. Three Point Flexure Strength*), który umożliwił określenie maksymalnej siły zginającej, strzałki ugięcia, wytrzymałości na zginanie oraz modułu Younga. Statyczne próby na zginanie w trójpunktowym układzie obciążenia przeprowadzono przy użyciu certyfikowanej maszyny wytrzymałościowej Zwick 1435 (*Zwick/Roell GmbH & Co. KG, Niemcy*) z tensometrycznym czujnikiem głowicy pomiarowej siły w zakresie do 0,5 kN. Po przeprowadzonych badaniach wytrzymałościowych zniszczone próbki poddano analizie przy użyciu mikroskopu optycznego Keyence VHX-900F (*Keyence International, Belgia*) oraz Skaningowego Mikroskopu Elektronowego Hitachi TM 3000 (*Hitachi High Technology Corporation, Japonia*). Każdą próbkę obserwowano w powiększeniach: 100-krotnym, 200-krotnym, 400-krotnym, 500-krotnym oraz 1000-krotnym.

Wyniki

Analizując uzyskane wyniki badań wytrzymałościowych można stwierdzić, że wśród próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien najwyższe wartości w zakresie czterech badanych parametrów wytrzymałościowych uzyskały próbki z grupy AMD 1. Osiągnęły one maksymalną siłę zginającą na poziomie 63 N, co w porównaniu do grupy KONT przewyższyło jej wartość trzykrotnie. Obecność jednego pojedynczego pasma włókien aramidowych spowodowało trzykrotny wzrost ugięcia, przy jednoczesnym wzroście modułu Younga o ponad 140%. W porównaniu do grupy KONT, próbki AMD 1 były ponad 280% bardziej wytrzymałe na zginanie. Gorsze rezultaty uzyskały próbki z grup SKL-AMD 1 oraz SKL 1. Najmniejszy wpływ na poprawę czterech badanych parametrów wytrzymałościowych wykazały próbki WGL 1, WGL-AMD 1 oraz SKL-WGL 1, a osiągnięte wartości badanych parametrów były na podobnym poziomie.

Przeprowadzone badania wytrzymałościowe wykazały, iż wśród próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien zauważono wiele analogii do rezultatów osiągniętych w badaniach próbek z obecnością jednego pojedynczego pasma włókien. Najbardziej wytrzymałe na zginanie okazały się próbki z grup AMD 2 i SKL-AMD 2. Wzmocnienie dwoma pojedynczymi

paszami włókien aramidowych lub hybrydy szklano-aramidowej poprawiło wytrzymałość na zginanie blisko trzykrotnie, natomiast wartość maksymalnej siły zginającej wzrosła o około 40 N. Najmniejszą wytrzymałość na zginanie przy jednocześnie najniższych wartościach maksymalnej siły zginającej wykazały próbki z grupy WGL 2. Prawie dwukrotnie większą w stosunku do grupy KONT wartość modułu Younga, a tym samym najbardziej sztywne okazały się próbki z grup: SKL 2, AMD 2, WGL-AMD 2, SKL-WGL 2. Próbki te osiągnęły wartość modułu Younga powyżej 8 GPa.

Porównując wyniki parametrów wytrzymałościowych próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien do próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien można stwierdzić, że zawartość włókien w próbce ma wpływ na wszystkie badane parametry wytrzymałościowe, ale w największym stopniu oddziałuje na moduł Younga. Próbki wzmocnione włóknami szklanymi, aramidowymi oraz hybrydą szklano-węglową wykazywały znaczne zwiększenie sztywności. Analizując wyniki badań zaobserwowano, że największa różnica przeciętnych wartości modułu Younga wystąpiła w przypadku hybrydy szklano-węglowej, ponieważ wzrost zawartości z 2% wag. do 4% wag. spowodował wzrost modułu Younga o 2,35 GPa, a to wpłynęło na wzrost sztywności próbki o niemal 40%.

Analizy próbek przy użyciu mikroskopu optycznego oraz SEM potwierdziły, że zarówno w próbkach wzmocnionych jednym pojedynczym, jak i dwoma pojedynczymi wiązkami włókien zaobserwowano wiele podobieństw. Widoczne były degradacje, takie jak: pęknięcia warstwy granicznej włókno-kompozyt (tzw. debonding), pęknięcia osnowy kompozytowej, delaminacje oraz zniszczenia włókien. Degradacje miały charakter zarówno lokalny, jak i obejmowały duży obszar obejmujący wiele warstw lub całą próbkę. Bardzo często obserwowano różne rodzaje degradacji w jednej próbce. Najczęściej, bo w około 90% próbek grupy badanej obserwowano zjawisko debondingu, czyli pęknięcia warstwy granicznej włókno-kompozyt.

Wnioski

Analiza uzyskanych w badaniach wyników pozwoliła na sformułowanie następujących wniosków:

1. Włókna aramidowe użyte zarówno w jednej oraz dwóch pojedynczych wiązках ze względu na parametry wytrzymałościowe mogą być zalecane jako wzmocnienie uzupełnień protetycznych wykonanych z kompozytu.
2. W zastosowaniu klinicznym wśród próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien może być brana pod uwagę hybryda włókien szklanych i aramidowych.
3. Zastosowanie włókien węglowych w pracy klinicznej przy zawartości wagowej 4% w materiale kompozytowym nie jest zalecane z powodu spadku wytrzymałości na zginanie i zmniejszenia sztywności materiału FRC.
4. Granica połączenia włókien z kompozytem była najslabszym punktem w układzie warstwowym jaki tworzą materiały kompozytowe wzmocnione włóknami sztucznymi.
5. Wraz ze wzrostem liczby warstw materiałów FRC wzrasta prawdopodobieństwo wystąpienia pęknięć przebiegających przez całą grubość próbki oraz pojawienia się rozwarstwień (tzw. delaminacji).
6. Metoda ręczna wykonania próbek z powodzeniem może być stosowana podczas wykonywania uzupełnień protetycznych w warunkach klinicznych, gdyż nie wpłynęła na pogorszenie uzyskanych wyników parametrów wytrzymałościowych.

3. Streszczenie w języku angielskim

Introduction

Current recommendations of minimally invasive dentistry place great demands on light-curing composite materials (composites). The main lines of research being carried out to improve the physical and chemical parameters of composites focus on the introduction of *Fiber-Reinforced Composite* (FRC) as a reinforcing phase while reducing the weight of the composite material. Glass fibers are most commonly used, much less frequently carbon and polyamide fibers (aliphatic, such as nylon, or aromatic, such as aramid). In FRC structures, the role of fibers is to improve the mechanical properties of the organic polymer matrix. Restorations made of fiber-reinforced composite are lighter compared to those made of traditional materials such as ceramic or metal. The high mechanical strength of the FRCs translates to their ability to effectively compensate bite forces. The desirable resistance to forces, while maintaining a low rest mass of reinforcing fibers, make FRCs widely used in many areas of dentistry, such as prosthodontics, restorative dentistry, implantology, periodontics and orthodontics. However, FRC composites are not without flaws and are prone to structural change processes that generally result in adverse changes in the mechanical properties and other characteristics of these materials. Most of the literature items relating to the analysis of FRC composites and their degradation mechanisms distinguish characteristic degradation stages that occur most frequently in succession: matrix cracking (imperfections), delamination associated with adhesion cracking (fiber-matrix cracking and layer cracking) fiber wear, which can lead to complete degradation of FRC. For this reason, it seems reasonable to determine the properties of materials that can be used in the fabrication of prosthetic restorations.

Aim of the study

The main objective of the study was to evaluate data on the physical and mechanical characteristics of materials that can be used in the fabrication of fiber-reinforced fixed prosthetic restorations: classic bridges made of composite and special (adhesive) bridges, composite crowns and crown-root inlays.

The specific objectives of the work were planned:

1. Evaluation of the strength parameters of the composite material reinforced with one single strand of synthetic fibers.
2. Evaluation of the strength parameters of the composite material reinforced with two single strands of synthetic fibers.
3. Comparative analysis of the strength parameters of the composite material reinforced with one single strand versus two single strands of synthetic fibers.
4. Analysis of the mechanical structural changes resulting from strength testing.
5. Evaluation of defects in the composite material-fiber system formed at the stage of sample manufacturing.

Material and Methods

The test material included composite samples reinforced with single (one or two) strands of fibers. Fiber strands used were glass (SKL), carbon (WGL) and aramid (AMD), as well as hybrid strands created for purpose of this work: glass-carbon (SKL-WGL), carbon-aramid (WGL-AMD) and glass-aramid (SKL-AMD). Light-curing Gradia Direct Posterior composite in colour A2 (GC Corporation, Tokyo, Japan) and composite-compatible bonding material G Bond (GC Corporation, Tokyo, Japan) were used in the study. The composite was reinforced by strands of the aforementioned fibers connected to each other without twisting. The weight ratio of fibers in all hybrids was 1:1.

A total of 130 samples were tested, with the test group consisting of a total of 120 composite samples with the presence of synthetic fibers used as reinforcement and the control group (KONT), which included a series of 10 composite samples without the addition of fibers. The study group was divided into two subgroups, each consisting of 6 runs of 10 samples. Samples in subgroup one was reinforced with one single fiber strand (SKL 1, WGL 1, AMD 1, SKL-WGL 1, WGL-AMD 1, SKL-AMD 1), while samples in subgroup two were reinforced with two single fiber strands (SKL 2, WGL 2, AMD 2, SKL-WGL 2, WGL-AMD 2, SKL-AMD 2). Samples for strength testing were prepared in accordance with the guidelines of the International Standard PN-EN ISO 4049:2019-07. The specimens were subjected to strength tests in the form of the *Three Point*

Flexure Strength (TFS) test, which made it possible to determine the maximum bending force, deflection arrow, flexural strength and Young's modulus. Static bending tests in a three-point loading system were carried out using a certified Zwick 1435 testing machine (*Zwick/Roell GmbH & Co. KG, Germany*) with a strain gauge force measuring head sensor in the range up to 0.5 kN. Following the strength tests, the damaged samples were analysed using a Keyence VHX-900F optical microscope (*Keyence International, Belgium*) and a Hitachi TM 3000 Scanning Electron Microscope (*Hitachi High Technology Corporation, Japan*). Each sample was observed at 100x, 200x, 400x, 500x and 1000x magnifications.

Results

Analysing the obtained strength test results, it can be concluded that among the specimens reinforced with one single strand of fibers, the highest values in terms of the four tested strength parameters were obtained by the specimens from the AMD 1 group. They achieved a maximum bending force of 63 N, which was three times greater than that of the KONT group. The presence of one single strand of aramid fibers resulted in a threefold increase in deflection, while Young's modulus increased by more than 140%. Compared to the KONT group, the AMD 1 samples were more than 280% stronger in flexural strength. Worse results were obtained by samples from the SKL-AMD 1 and SKL 1 groups. Samples WGL 1, WGL-AMD 1 and SKL-WGL 1 showed the least improvement in the four tested strength parameters, and the achieved values of the tested parameters were at a similar level.

The strength tests carried out showed that among the specimens reinforced with two single strands of fibers, many analogies to the results achieved in the tests of specimens with the presence of one single strand of fibers were noted. Samples from the AMD 2 and SKL-AMD 2 groups proved to be the most resistant to bending. Reinforcement with two single strands of aramid fibers or glass-aramid hybrid improved the bending strength by nearly three times, while the value of the maximum bending force increased by about 40 N. The lowest bending strength at the same time the lowest values of the maximum bending force were shown by samples from the WGL 2 group. Almost twice the value of Young's modulus compared to the KONT group, and thus the most rigid were the samples

from the SKL 2, AMD 2, WGL-AMD 2, SKL-WGL 2 groups. These samples reached a Young's modulus value of more than 8 GPa.

Comparing the results of the strength parameters of specimens reinforced with one single strand of fiber to those reinforced with two single strands of fiber, it can be concluded that the fiber content of the specimen affects all the strength parameters tested, but has the greatest effect on Young's modulus. Samples reinforced with glass fibers, aramid fibers and a glass-carbon hybrid showed significant increases in stiffness. Analysis of the data revealed that the greatest difference in average Young's modulus values occurred in the case of the glass-carbon hybrid, as an increase in content from 2% w/w to 4% w/w resulted in an increase in Young's modulus of 2.35 GPa, and this increased the stiffness of the sample by almost 40%.

Analyses of the samples using optical microscopy and SEM confirmed that many similarities were observed in both the samples reinforced with one single and two single fiber bundles. Degradations such as cracks in the fiber-composite boundary layer (known as debonding), cracks in the composite matrix, delamination and fiber failure were evident. Degradations were both local and covered a large area involving multiple layers or the entire sample. Very often, different types of degradation were observed in a single sample. The most common phenomenon, debonding, i.e., fiber-composite boundary layer cracking, was observed in about 90% of the test group's samples.

Conclusions

The analysis of the results obtained in the study led to the following conclusions:

1. Aramid fibers used in both single and double strands can be recommended as reinforcement for composite restorations due to their strength parameters.
2. In clinical application, a hybrid of glass and aramid fibers may be considered among samples reinforced with two single strands of fibers.
3. The use of carbon fibers in clinical work with a weight content of 4% in the composite material is not recommended because of the decrease in flexural strength and reduction in stiffness of the FRC material.
4. The boundary of the fiber-composite interface was the weakest point in the layering that fiber-reinforced composite materials form.

5. As the number of layers of FRC materials increases, the likelihood of cracks running through the entire thickness of the sample and the appearance of delamination increases.
6. The manual method of making specimens can be successfully used when making prosthetic restorations under clinical conditions, as it did not impair the obtained results of strength parameters.

4. Wstęp

4.1. Materiały złożone (kompozyty) – ogólna charakterystyka

Kompozyt to materiał złożony z dwóch lub więcej komponentów lub faz o różnych właściwościach w taki sposób, że ma on właściwości zazwyczaj lepsze, w stosunku do składników użytych osobno lub wynikających z ich zsumowania (26). Naturalne kompozyty powstały drogą ewolucji, tam gdzie warunkiem istnienia było przenoszenie dużych obciążeń. Budowę kompozytową posiadają łodygi roślin, czy gałęzie drzew. Ściany komórek roślinnych składają się z włókien krystalicznej celulozy – mikrofibryl otoczonych przez ligninę oraz hemicelulozę (3). W organizmie ludzkim kompozytową budowę mają na przykład kości, składające się z organicznych włókien kolagenowych, małych kryształów nieorganicznych, wody oraz wielu innych komponentów. Proporcje poszczególnych składników różnią się zależnie od rodzaju kości (142). Historia kompozytów wytwarzanych przez człowieka jest niezwykle długa i sięga 10 tysięcy lat przed naszą erą. Dzięki badaniom archeologicznym wiadomo, że już w starożytnej Mezopotamii mieszano glinę ze słomą i w ten sposób wytwarzano materiał budowlany o znacznie większej trwałości i wytrzymałości. Materiały kompozytowe stosowane w życiu codziennym powstały jako rezultat poszukiwań nowych materiałów konstrukcyjnych, doskonalszych od stosowanych dotychczas. Badaczom zależało głównie na poprawie właściwości mechanicznych przy jednoczesnym zmniejszeniu ciężaru całej konstrukcji. Natura, doświadczenie oraz intuicja podsuwały rozwiązania do których dzisiaj dochodzi się świadomie.

W piśmiennictwie nie ma spójnej i jednoznacznej definicji materiału złożonego (kompozytu). Wytłumaczeniem takiego stanu rzeczy jest fakt, iż terminologia związana z tworzywami kompozytowymi pochodzi z wielu różnych obszarów nauki, takich jak: materiałoznawstwo, inżynieria materiałowa, inżynieria chemiczna, polimery i wiele innych (31). Stosowana w nauce, szczególnie w piśmiennictwie anglojęzycznym, definicja podana przez *Krocka i Broutmana* z 1975 roku (32) wyróżnia cztery istotne warunki jakie powinny być spełnione, aby uznać materiał za kompozyt: jest wytworzony przez człowieka, musi składać się z co najmniej dwóch różnych pod względem chemicznym materiałów z wyraźnie zaznaczonymi granicami rozdziału pomiędzy nimi, składniki rozmieszczone są w całej objętości materiału i właściwości kompozytu powinny różnić się

od właściwości jego komponentów. Przedstawiona definicja nie jest doskonała, ponieważ wyklucza tzw. kompozyty naturalne (np. drewno), materiały platerowane i warstwowe. W niniejszej rozprawie doktorskiej przyjęto definicję kompozytu podaną przez Encyklopedię Powszechną PWN, uznając ją za właściwą i w wystraszającym stopniu opisującą ogólną ideę wytwarzania:

Kompozyt [łac. *compositus* 'złożony'] „*materiał utworzony z co najmniej dwóch komponentów (faz) o różnych właściwościach w taki sposób, że ma właściwości lepsze i/lub właściwości nowe (dodatkowe) w stosunku do komponentów wziętych osobno lub wynikających z prostego sumowania ich właściwości. Kompozyt jest materiałem zewnętrze monolitycznym, jednak z widocznymi granicami między komponentami*” (127).

W stomatologii rozpowszechniło się wiele określeń kompozytów stomatologicznych. W niniejszej dysertacji, słowo „kompozyt” stosowane jest naprzemiennie z określeniem „materiał złożony” lub „materiał kompozytowy”.

4.2. Kompozyty stosowane w stomatologii

Odkrycie przez Buonocore'a w 1955 roku (35) zjawiska wzrostu adhezji żywicy akrylowej do trawionego kwasem szkliwa zapoczątkowało erę stomatologii „adhezyjnej” i przyczyniło się do postępu w technologii wytwarzania materiałów odtwórczych (30). Pierwszy kompozyt w stomatologii wprowadzono na rynek w 1966 roku. Produkt ten pierwotnie sprzedawany był w postaci zestawu proszek-płyn lub pasta-pasta utwardzane chemicznie. Koniec lat 70-tych to początek ery materiałów złożonych utwardzanych światłem lampy halogenowej. Dzięki temu poprawiły się właściwości fizyczne materiałów, a czas pracy i utwardzania zostały dokładnie określone. Kolejne zmiany w jakości i ilości wypełniacza wprowadzonego do żywicy pozwoliło na dalsze udoskonalenie tych materiałów. W 1977 r. rozpowszechniono kompozyty światłoutwardzalne jako materiały stosowane w leczeniu próchnicy we wszystkich zębach. Jednak Philips (123) i Leinfelder (95) w przeprowadzonych badaniach zwrócili uwagę na szybkie ścieranie się kompozytów w odcinku bocznym uzębienia. Zatem dalsze prace nad składem materiałów kompozytowych koncentrowały się na opracowaniu materiałów o wyższej wytrzymałości mechanicznej, szczególnie odporności na ścieranie. Doprowadziły one do powstania grupy materiałów o mieszanej wielkości wypełniacza, tzw. kompozytów hybrydowych. Materiały te,

zostały wprowadzone na rynek w 1979 roku i przez kolejne lata były udoskonalane, aż do osiągnięcia optymalnych parametrów mechanicznych.

Kompozyty na bazie żywic składają się z trzech faz: matrycy żywicznej (organicznej), rozporoszonych cząsteczek wypełniacza nieorganicznego oraz silanowego czynnika spajającego – pokrywającego cząsteczki wypełniacza, który odpowiada za dobre połączenie matrycy z wypełniaczem (28, 41, 55, 56, 65, 72, 100, 111, 140, 166). Matryca organiczna większości dostępnych na rynku kompozytów stomatologicznych składa się z mieszaniny monomerów metakrylowych. Najczęściej stosowane są dwa monomery: Bis-GMA (dimetakrylan eteru diglicydowego bisfenolu A) oraz UDMA (dimetakrylan uretanu), (120). Nieco rzadziej stosowane są również monomery o mniejszej lepkości, takie jak: TEGDMA (dimetakrylan glikolu trietylenowego) czy HEMA (metakrylan 2-hydroksyetylu), (13, 61, 62, 96, 138). Do najczęściej stosowanych wypełniaczy zalicza się dwutlenek krzemu w postaci krystalicznej, koloidalnej oraz pirolitycznej, a także szkła borowe oraz glinowo-litowe. Zawartość tego komponentu może osiągać nawet 90% wagowych w przypadku kompozytów zawierających nanowypełniacz (37, 55, 126). Wzrost ilości wypełniacza w kompozytach powoduje m.in.: zmniejszenie skurczu polimeryzacyjnego, spadek współczynnika rozszerzalności termicznej, zmniejszenie absorpcji wody, wzrost twardości, wzrost odporności na zginanie oraz zwiększenie lekkości kompozytu (32, 61, 62, 96, 122). Aby zapewnić dobre połączenie między nieorganicznymi wypełniaczami a organiczną matrycą żywiczną, producenci traktują powierzchnię wypełniaczy silanem, którego jedne grupy reagują z nieorganicznym wypełniaczem, a inne z matrycą organiczną. W tym celu stosuje się głównie 3-metakryloksypropylotrimetoksysilan (MPTS), (10). Kompozyty na bazie żywic stosowane w stomatologii zawierają szereg dodatków, występujących w znacznie mniejszych ilościach, takich jak: stabilizatory, pigmenty, pochłaniacze promieniowania UV, substancje kryjące (opakerowe), czynniki o działaniu kariostatycznym, jak również czynniki o działaniu antybakteryjnym (29, 37, 41, 72, 126).

Polimeryzacja kompozytu odbywa się w systemie inicjator-aktywator. Jest to polimeryzacja addycyjna inicjowana przez wolne rodniki, które są generowane przez aktywację chemiczną lub zewnętrzną energią dostarczaną przez ogrzewanie lub światło (fotopolimeryzacja), (29). Polimeryzacja chemiczna rozpoczyna się po zmieszaniu dwóch składowych – bazy oraz katalizatora,

a sam proces postępuje szybko w temperaturze pokojowej (41, 72, 126, 141). Obecnie kompozyty chemoutwardzalne są coraz rzadziej stosowane w stomatologii. Najczęściej stosowaną metodą utwardzania kompozytów jest fotopolimeryzacja (73,74). Zapoczątkowanie reakcji za pomocą światła wiąże się z koniecznością zastosowania odpowiednich inicjatorów polimeryzacji. W przypadku kompozytów stomatologicznych na bazie żywic najczęściej stosowanym inicjatorem jest chinon kamforowy (45, 111). Reaktywność tego związku może być zwiększana poprzez dodatek koinicjatorów, spełniających funkcję akceleratorów procesu. W tym celu stosowane są głównie trzeciorzędowe aminy, takie jak: 4-N,N-dimetyloamino-fenyl etanol (DMAPE) oraz benzoesan 4-dimetyloamino etylu (EDMAB), (7, 48, 73). Polimeryzacja kompozytów światłoutwardzalnych odbywa się pod wpływem widzialnego światła niebieskiego, ze szczytem długości fali $\lambda = 470-480$ nm, które jest absorbowane przez fotoaktywator. Reakcja jest akcelerowana przez obecność organicznej aminy zawierającej podwójne wiązania węglowe (68-71). Oba te związki (fotoaktywator i akcelerator) są stabilne w temperaturze pokojowej, dopóki kompozyt nie jest ekspozycyjnie na światło (4, 6, 7, 64, 73, 97, 109). Początkowo jako zewnętrzne źródło światła stosowano głównie halogenowe lampy kwarcowo-wanadowe (QTH – ang. *quartz-tungsten halogen*), jednak zostały one wyparte przez lampy o większej wydajności konwersji energii w energię świetlną – LED (ang. *light-emitting diode*). Ponadto, jak wykazało wiele badań, lampy LED są trwalsze, charakteryzują się znacznie dłuższym czasem pracy efektywnej niż lampy halogenowe, a efekt cieplny powstający w trakcie ich pracy jest znacznie mniejszy, co znacząco minimalizuje ryzyko uszkodzenia termicznego miazgi zęba (84, 98, 74, 137, 149).

Kompozyty stomatologiczne są materiałami, które znajdują się w bezpośrednim kontakcie z organizmem, dlatego zaliczane są do biomateriałów. Aby mogły być dopuszczone do zastosowania muszą spełniać szereg wymagań. Materiały kompozytowe muszą charakteryzować się czystością chemiczną, czyli posiadać ściśle określony skład pierwiastkowy oraz fazowy, a zjawiska występujące na granicy faz powinny być przewidywalne. W środowisku jamy ustnej powinny posiadać pełną stabilność fizyczną oraz chemiczną, a produkty ewentualnego rozpadu nie mogą negatywnie wpływać na organizm. Materiały złożone muszą być biogodne, z uwzględnieniem braku działania mutagennego, toksycznego,

teratogennego czy alergizującego (29, 47, 48, 92). Zgodnie z założeniami biomimetyki, właściwości mechaniczne kompozytów stomatologicznych muszą być zbliżone do właściwości opisujących zastępowaną tkankę lub spełniać funkcję zastępowanego elementu układu stomatognatycznego (41, 72). Współczynnik wytrzymałości na ściskanie i zginanie dla kompozytów z mikrowypełniaczem oraz kompozytów płynnych stanowi około 50% wartości tego współczynnika dla kompozytów mikrohybrydowych. Wynika to z mniejszej objętości procentowej wypełniacza, dlatego też odporność na ściskanie materiałów kompozytowych wzrasta liniowo wraz ze wzrostem objętości zajmowanej przez wypełniacz (48).

Obecnie stomatologia stawia ogromne wymagania w stosunku do kompozytów, które potencjalnie mogłyby być stosowane jako materiały dentystyczne. Główne kierunki badań prowadzonych w celu poprawy parametrów fizyko-chemicznych kompozytów skupiają się na nowych typach monomerów, wypełniaczy, inicjatorów, czynników zwiększających adhezję oraz wprowadzaniu różnych włókien sztucznych jako faza wzmacniająca, przy jednoczesnym zmniejszeniu ciężaru materiału złożonego (5, 97). Stosowane w stomatologii kompozyty na bazie żywic tradycyjnie dzieli się ze względu na wielkość, kształt i rozmieszczenie wypełniaczy. Ze względu na wielkość cząsteczek wypełniacza wyróżnia się kompozyty: makrofilowe, mikrofilowe, nanofilowe i hybrydowe (126). Kompozyty makrofilowe zawierają wypełniacze o wielkości cząstek rzędu kilkudziesięciu mikrometrów, zwykle 40 μm . Stanowią najstarszą grupę wykorzystywanych w stomatologii kompozytów na bazie żywic. Obecnie nie są już stosowane. Ich zaletą jest duża wytrzymałość mechaniczna, natomiast wadą jest niedostateczny efekt estetyczny. Kompozyty mikrofilowe zawierają wypełniacze, których wielkość cząsteczek wynosi od 0,01 μm do 0,1 μm . W porównaniu do kompozytów makrofilowych osiągają wyższe wartości parametrów wytrzymałościowych. Są odporne na ścieranie. Kompozyty nanofilowe zawierają wypełniacze o wielkości cząstek poniżej 0,01 μm . Charakteryzują się mniejszą wytrzymałością mechaniczną niż kompozyty mikrofilowe, jednak obróbka poprzez polerowanie pozwala osiągnąć znacznie lepsze efekty estetyczne w porównaniu do pozostałych rodzajów kompozytów. Natomiast, kompozyty hybrydowe zawierają wypełniacz łączący różne wielkości cząstek, zarówno w skali mikro jak i nano. Tę grupę kompozytów można dodatkowo podzielić na trzy podgrupy, w zależności od wielkości cząstek: cząstki średnie w zakresie od 1 do 10 μm oraz 40 nm;

mikrohybrydowe, których wielkość zawiera się w zakresie 0,6-1 μm i 40 nm oraz nanohybrydowe, gdzie wielkość cząsteczek mieści się w zakresie 5-100 nm. Cząsteczki mikrohybrydowe cechują się dużą uniwersalnością w zastosowaniu, są wytrzymałe pod względem mechanicznym oraz osiągają dobry efekt estetyczny podczas obróbki przez polerowanie. Z kolei uzyskanie dużej przejrzystości kompozytów nanohybrydowych jest możliwe dzięki temu, iż wielkość cząsteczek wypełniacza jest znacznie mniejsza od długości fali światła widzialnego (400-800 nm). W kompozytach nanohybrydowych stosuje się zazwyczaj dwa rodzaje cząstek wypełniacza. Pierwsze z nich to silanizowane, nieulegające agregacji cząstki krzemionki i cyrkonu, drugie to cząstki tlenków krzemu i cyrkonu tworzące klastery o określonej wielkości.

Kolejnym ważnym podziałem kompozytów stomatologicznych jest klasyfikacja ze względu na konsystencję kompozytu. Powszechnie wyróżnia się dwie podstawowe grupy materiałów: płynne i kondensowane (41, 126). Kompozyty płynne (ang. *flowable*) charakteryzuje niska lepkość oraz stosunkowo mała zawartość wypełniacza, która powoduje, że konsystencja kompozytu jest płynna. Zaletą tych kompozytów jest możliwość ich umieszczenia w trudno dostępnych ubytkach. Jednak ze względu na niską zawartość wypełniacza cechują się wysoką wartością skurczu polimeryzacyjnego, co ogranicza ich zastosowanie do wypełniania niewielkich ubytków. Kompozyty kondensowane (ang. *condensable*) charakteryzują się wysoką lepkością oraz dużą zawartością wypełniacza. Odpowiednia konsystencja oraz wynikające z niej odpowiednie właściwości mechaniczne umożliwiają zastosowanie tych kompozytów do wypełnień na wszystkich powierzchniach koron zębów.

W ostatnich latach wprowadzono na rynek stomatologiczny materiały złożone wzbogacone o dodatkowe komponenty. Dlatego też, kompozyty stomatologiczne można dodatkowo podzielić na: składające się z trzech faz (matrycy żywicznej, rozporoszonych cząsteczek wypełniacza nieorganicznego i silanowego czynnika spajającego) lub składające się z czterech faz, w których czwartą fazę stanowią filamenty w formie włókien krótkich (161).

Prace prowadzone nad właściwościami mechanicznymi kompozytów dotyczą m. in.: współczynnika wytrzymałości na ściskanie i zginanie, modułu elastyczności i twardości. Współczynnik wytrzymałości na ściskanie i zginanie dla kompozytów z mikrowypełniaczem i kompozytów płynnych stanowi około 50%

wartości tego współczynnika dla kompozytów mikrohybrydowych. Wynika to z mniejszej objętości procentowej wypełniacza w przypadku kompozytów z mikrowypełniaczem i kompozytów płynnych. Dlatego też, odporność na ściskanie materiałów kompozytowych wzrasta liniowo wraz ze wzrostem objętości zajmowanej przez wypełniacz (147, 159).

Moduł elastyczności (moduł Younga) uzależniony jest o ilości wypełniacza, gdyż zwiększa się wykładniczo wraz ze wzrostem jego objętości. Moduł Younga odpowiada za sztywność materiału. Im wyższa jest jego wartość tym sztywniejszy jest materiał i ma to istotne znaczenie w tych miejscach, gdzie nie tylko występują znaczne siły zgryzowe, ale też wymagana jest odporność na ścieranie. Dla porównania moduł elastyczności dla kompozytów mikrohybrydowych wynosi 4,0-6,9 GPa, dla zębiny 19 GPa, a dla szkliva 83 GPa (41, 43, 46). Natomiast, twardość kompozytów wyrażona w skali Knoop (od 22 do 80 kg/mm²) jest mniejsza od twardości szkliva (343 kg/mm²). Współczynnik twardości według Knoop dla kompozytów makrocząsteczkowych jest nieco większy niż w przypadku kompozytów z mikrowypełniaczem. Wynika to z objętości zajmowanej przez cząsteczki wypełniacza i jego twardości. Wartości te wskazują na umiarkowaną odporność na odkształcenie pod wpływem sił zgryzowych w przypadku kompozytów z dużą zawartością wypełniacza, ale jednocześnie różnice te nie są głównym czynnikiem odpowiedzialnym za ścieranie kompozytu (15, 41, 72).

4.2.1. Kompozyty wzmacniane włóknami sztucznymi

W latach 60-tych XX wieku w stomatologii rozpoczęto stosowanie tworzyw kompozytowych, których fazę wzmacniającą zaczęły stanowić włókna sztuczne (ang. *Fiber-Reinforced Composite*, FRC), (150). W konstrukcjach tego typu rolą włókien jest poprawa właściwości mechanicznych polimerowej macierzy organicznej. FRC to grupa materiałów, która coraz częściej stosowana jest w stomatologii jako alternatywa tradycyjnych uzupełnień wykonanych z ceramiki bądź metalu. W przebiegu leczenia z zastosowaniem małoinwazyjnej techniki preparacji możliwym stało się wykonanie lekkich uzupełnień protetycznych przypominających wyglądem naturalne uzębienie, jednocześnie zapewniających pożądaną wytrzymałość i biokompatybilność, cementowanych adhezyjnie, a nie wyłącznie mechanicznie. Naturalny wygląd w okolicy przyszyjkowej korony lub mostu eliminuje potrzebę znacznego, często poddłużowego szlifowania zęba

filarowego, co może powodować uszkodzenia tkanek otaczających ząb. Dodatkowym atutem uzupełnień kompozytowych wzmocnionych włóknami jest cementowanie adhezyjne, które zapewnia bardzo dobrą retencję, bez konieczności opracowywania zębów filarowych do optymalnego kształtu geometrycznego wymaganego na przykład podczas wykonywania wkładów koronowo-korzeniowych, uzupełnień pełnoceramicznych lub koron porcelanowych o podbudowie metalowej. Obecność wiązki włókien jako fazy wzmacniającej w materiale FRC można porównać do podbudowy tradycyjnych stałych uzupełnień protetycznych. Rusztowanie jakie stanowią różnego rodzaju włókna sztuczne powinny zapewniać odpowiednią wytrzymałość mechaniczną oraz sztywność uzupełnienia, podobnie jak wzmocnienie stopem metalu (33, 104, 133, 134).

Wysoka wytrzymałość mechaniczna sprawia, że FRC posiadają zdolność skutecznej kompensacji sił zgryzowych. Pożądana odporność na działanie sił, przy zachowaniu niewielkiej masy spoczynkowej włókien wzmacniających, sprawiają, że FRC znalazły szerokie zastosowanie w wielu dziedzinach stomatologii, takich jak protetyka, stomatologia zachowawcza, implantologia, periodontologia czy ortodoncja (33, 60, 75, 103, 153, 160, 164, 165).

Wyróżnia się podstawowe rodzaje struktur kompozytowych wzmocnionych włóknami (90):

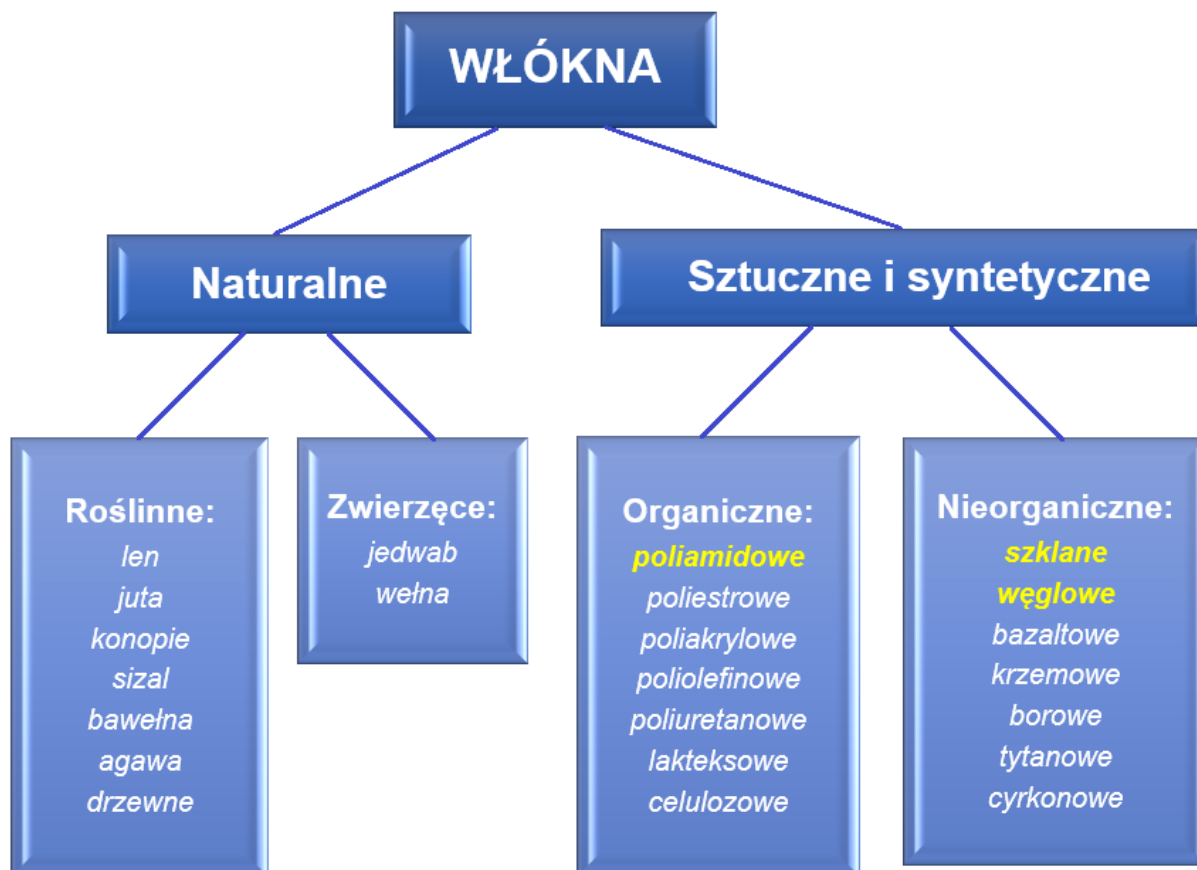
1. *Wzmocnienie włóknem krótkim rozmieszczonym chaotycznie* – włókna cięte są na fragmenty o długości do kilku milimetrów, a następnie zatapiane i mieszane z matrycą organiczną. Ze względu na ich losową orientację, przyrost wytrzymałości kompozytu w stosunku do właściwości osnowy niewzmocnionej jest niski.
2. *Wzmocnienie jednokierunkowe włóknem długim* – włókna o długości do kilku centymetrów zatapiane są w matrycy organicznej, a ich ułożenie jest zorganizowane. Cechują się dużą wytrzymałością i sztywnością.
3. *Wzmocnienie wielowarstwowe (tzw. laminaty)* – tworzone z warstw od kilku do kilkudziesięciu, z których każda może posiadać inną strukturę i orientację wzmocnienia. Grubość pojedynczej warstwy wynosi zwykle około 0,5-1 mm. Aby laminat był odpowiednio

wytrzymały mechanicznie musi składać się co najmniej z kilkunastu warstw, co wpływa na jego duży wymiar poprzeczny wynoszący nawet kilka milimetrów, z tego względu rzadko jest stosowany w stomatologii.

Temat materiałów złożonych wzmocnionych włóknami sztucznymi zaczął zyskiwać coraz większe zainteresowanie w badaniach stomatologicznych na początku lat dwutysięcznych. Począwszy od 2004 r. do końca czerwca 2022 r. opublikowano ponad 25 tysięcy dokumentów i badań w dziedzinie medycyny dotyczących materiałów FRC, mając na uwadze czasopisma indeksowane w bazie Scopus. Dane te potwierdzają tym samym, że zainteresowanie tematem FRC jest bardzo duże. Obecnie najnowsze technologie pozwalają na ciągłe doskonalenie materiałów i technik, otwierając nowe dziedziny badań i zastosowań kompozytów wzmocnionych włóknami.

4.2.2. Wybrane włókna wzmacniające stosowane w kompozytach stomatologicznych

Do wzmacniania kompozytów stosuje się różne włókna. Głównym powodem dla którego wprowadza się włókna do kompozytów jest podwyższenie parametrów wytrzymałościowych materiału. Poprawa właściwości fizyko-chemicznych jest w przybliżeniu tym większa, im wyższe są wskaźniki wytrzymałościowe zastosowanych włókien (33, 90). Coraz częściej włókna naturalne stanowią ekologiczną alternatywę dla włókien sztucznych. Przeżywają one w ostatnich latach swój renesans, głównie ze względu na biodegradowalność, czyli rozkład pod wpływem mikroorganizmów i enzymów (38, 167). Poniżej przedstawiono schemat podziału włókien stosowanych do wzmacniania kompozytów w różnych dziedzinach życia, takich jak przemysł lotniczy i motoryzacyjny, czy budownictwo. W stomatologii najczęściej stosowane są włókna szklane, dużo rzadziej włókna węglowe i poliamidowe (alifatyczne, np. nylon lub aromatyczne, np. aramid), (54, 92), (ryc. 1).

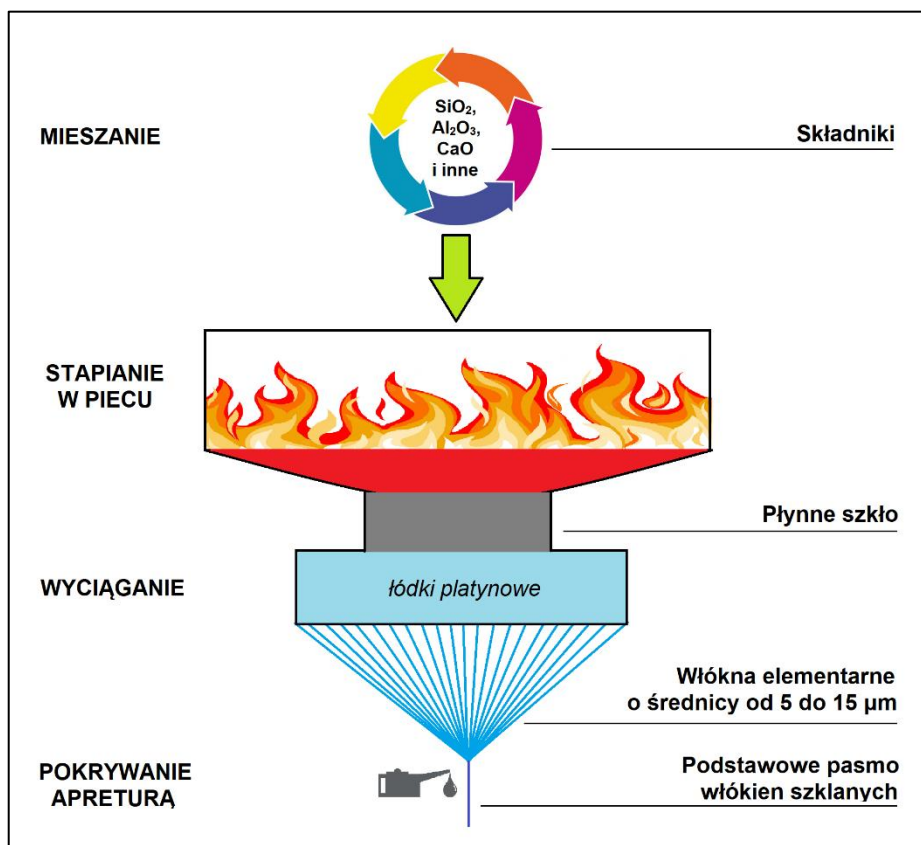


Ryc. 1. Podział włókien stosowanych do wzmocnienia kompozytów. Kolorem żółtym zaznaczono włókna wykorzystywane w stomatologii (opracowanie własne).

4.2.2.1. Włókna szklane

Włókna szklane znalazły największe praktyczne zastosowanie. W przeważającej większości są to włókna ze szkła typu E (bezalkaliczne borowo-glinowo-krzemianowe). Elementarne włókno szklane ma średnicę od 5 do 15 μm (53). Obecnie otrzymywane są metodą jednostopniową z roztopionej masy szklanej. Metoda ta polega na tym, że zmieszane składniki, z których wytwarza się włókno szklane, takie jak SiO_2 , Al_2O_3 , CaO i inne stapia się w wannie, następnie po ujednorodnieniu stop jest dozowany z zasilacza do podgrzewanych łódek platynowych. Łódki mają różną konstrukcję, zależną od rodzaju produkcji (pasma włókien bez skrętu - *roving*, maty, jedwab szklany). Szkło wypływa pod własnym ciężarem przez otwory o niewielkiej średnicy, a następnie jest nawijane na bęben odbieralki. Na właściwości elementarnego włókna szklanego wpływają stopień deformacji plastycznej wywołany wyciąganiem oraz szybkość chłodzenia.

Podczas procesu produkcyjnego na włókna nakładana jest odpowiednia powłoka, tzw. apretura. Najczęściej stosuje się apreturę włókienniczą, która bazuje na skrobi. Jej rolą jest zabezpieczanie włókien przed działaniem wilgoci z powietrza, ułatwianie dalszych zabiegów technologicznych oraz ochrona powierzchni przed uszkodzeniami w trakcie dalszej przeróbki (26, 27). Schemat wytwarzania włókien szklanych metodą jednostopniową przedstawiono na rycinie 2.



Ryc. 2. Wytwarzanie włókien szklanych metodą jednostopniową (opracowanie własne).

Włókna szklane charakteryzują się wysoką wytrzymałością na rozciąganie przy zachowaniu niskiego modułu Younga (mała sztywność) oraz wysokim modułem sprężystości przy ściskaniu. Ich cechy wytrzymałościowe zależą od średnicy i są tym lepsze, im średnica włókna elementarnego jest mniejsza. Wraz ze zmniejszaniem się przekroju poprzecznego włókna zwiększa się jego moduł sprężystości oraz wytrzymałość na rozciąganie, lecz maleje jego wydłużenie przy rozciąganiu. Odkształcenia włókien szklanych są sprężyste, a ich granica sprężystości zbiega się zazwyczaj z punktem zerwania włókna. Co istotne, ze względu na obecność wiązań kowalencyjnych są kruche i podczas rozciągania

nie wykazują zakresu plastycznego. Ich dużym atutem, oprócz stosunkowo niskiej ceny, jest wysoka zdolność do absorpcji energii (26, 27, 46, 53, 86, 91, 93, 106).

Na świecie asortyment wyrobów wzmacnianych włóknami szklanymi jest bardzo duży. Z kompozytów wzmacnianych włóknami szklanymi wykonuje się karoserie samochodowe, kadłuby samolotów oraz łodzi, ponadto służą do produkcji nart, tyczek do skoków i wielu innych przedmiotów (26, 86, 91, 106). W stomatologii włókna szklane wykorzystywane są, m. in.: podczas wykonawstwa mostów adhezyjnych, wkładów koronowo-korzeniowych, utrzymywaczy typu retainer czy szyn stabilizujących zęby w chorobach przyzębia (33, 60, 75, 103, 125, 153, 160, 164, 165).

4.2.2.2. Włókna węglowe

W zależności od zawartości węgla dzielą się na: częściowo karbonizowane (90%), karbonizowane (91-99%) i grafityzowane (powyżej 99%) Substratami wyjściowymi do ich otrzymywania są techniczne włókna poliakrylonitrylowe (PAN) stanowiące ok. 90% produkcji włókien węglowych lub rafinowane paki mezogeniczne. Do mniej popularnych należy syntetyczne włókno celulozowe. Włókna otrzymywane z PAN oferowane są przez największych producentów tego typu materiałów, jak: Toray, Tenax, Hexcel i Zoltek (53, 26).

Włókna prekursora PAN powstają z roztworów przędzalniczych. Skoncentrowany roztwór prekursora jest wyłaczany na dyszę przędzalniczą zawierającą liczne, małe kapilary. Prekursor opuszczający kapilary jest chłodzony i zestala się w formie włókien. Włókno prekursora powinno mieć średnicę około 15 μm i dużą zawartość węgla (ponad 50%), co gwarantuje otrzymanie włókna węglowego o średnicy około 10 μm i zawartości węgla wynoszącej ponad 90%.

Proces wytwarzania włókna węglowego z prekursora PAN składa się z następujących etapów (27):

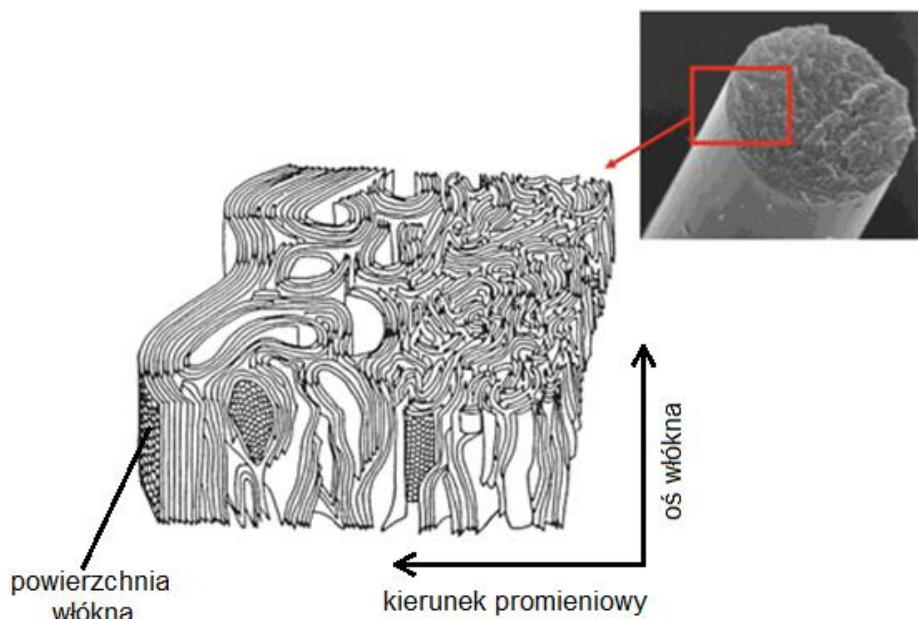
1. Kilkukrotnego wstępnego rozciągania włókna PAN w temp. 100°C w celu wywołania orientacji łańcuchów polimerowych.
2. Wygrzewania w atmosferze ozonu, tlenu lub powietrza, w czasie od kilku do kilkudziesięciu godzin, w temp. 200-300°C, w celu stabilizacji cieplnej i utlenienia jego powierzchni.
3. Wygrzewania w atmosferze obojętnej (najczęściej argonu lub azotu), w temp. około 1000°C, w celu rozkładu cieplnego (pirolizy) i usunięcia

NH₃, CO, CO₂, N₂, H₂O, niewielkich ilości HCN i CH₄. Następnie zachodzi karbonizacja, któremu celem jest osiągnięcie jak największej zawartości węgla we włóknie.

4. Obróbki cieplnej w atmosferze obojętnej, w czasie kilkudziesięciu sekund, prowadzącej do uzyskania oczekiwanego stopnia grafityzacji i pożądanych właściwości mechanicznych włókna.

Włókna węglowe składają się w ponad 90% z węgla. Ich budowę można określić jako zbiór krystalitów o strukturze grafitu, układających się w mniej lub bardziej uporządkowany sposób wzdłuż osi włókna. Stopień grafityzacji wynika z ułożenia i uporządkowania płaszczyzn grafenowych, które są uznawane za podstawowe jednostki struktury włókna węglowego. Płaszczyzny grafenowe, nakładając się na siebie, tworzą krystality. Istotnymi parametrami z punktu widzenia właściwości włókien węglowych są odległości między tymi płaszczyznami, ich orientacja względem osi włókna oraz stopień pofałdowania, a wreszcie wielkość krystalitów (27, 46, 91, 106). Zaobserwowano, że ułożenie warstw zmienia się w przekroju poprzecznym włókna. *Bennet i Johnson* (18) już w 1983 roku zaproponowali model budowy włókien węglowych, w którym przy powierzchni włókna płaszczyzny węglowe są bardziej uporządkowane o małych stopniach załamania i bardziej zbliżone do struktury grafitu, natomiast przy rdzeniu obserwuje się większe ich pofałdowanie i duże kąty załamania (ryc. 3).

Właściwości i budowa włókien węglowych są istotne z punktu widzenia ich zastosowań jako wzmocnień w kompozytach. Najbardziej pożądane cechy budowy włókien to: małe przerwy międzywarstwowe, duże i rozbudowane krystality o orientacji w kierunku równoległym do osi włókna oraz mała zawartość defektów. Włókna węglowe mają dużą wytrzymałość, duży moduł sprężystości, absorbują drgania, mają małą gęstość i dużą odporność na działanie kwasów i zasad. Ze względu na niepolarny i neutralny charakter powierzchni, włókna węglowe są źle zwilżane przez osnowę polimerową. Wybór odpowiedniego rodzaju jak i formy włókien zależy od późniejszych warunków ich pracy (w tym obciążenia), jakim zostaną poddane. Stosowane są włókna cięte, długie w postaci rovingu, a także sploty włókien (27, 46, 82, 93, 106).



Ryc. 3. Model budowy włókien węglowych wytwarzanych z włókien poliakrylonitrylowych (PAN), (źródło:18).

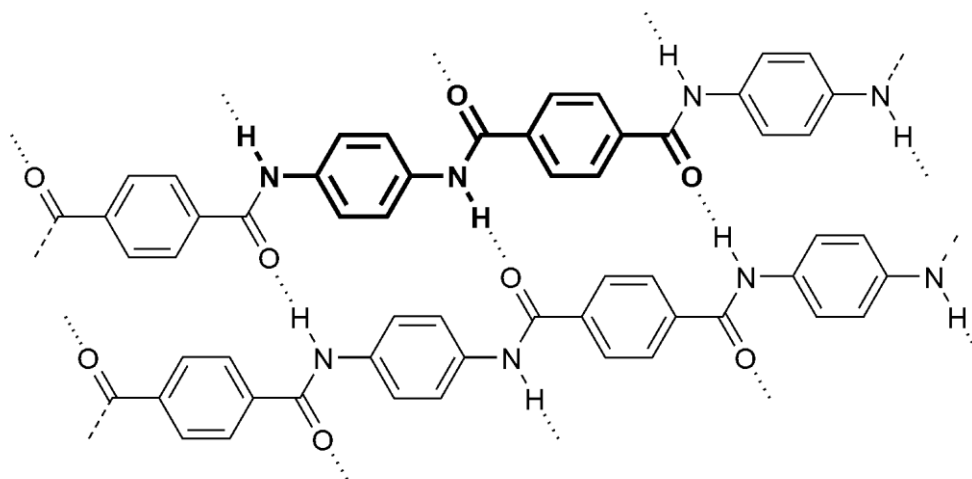
Włókna węglowe, gdy zostały po raz pierwszy użyte jako żarnik w żarówce Edisona, przeszły ponad stuletnią drogę, która wyprowadziła je z laboratoriów i przeniosła do obszarów życia codziennego, takich jak: energetyka, transport, budownictwo, sport oraz medycyna (93). Obecnie w stomatologii wykorzystanie włókien węglowych jest marginalne. Stosowane są jedynie przez szwajcarską firmę Harald Nordin do produkcji standardowych wkładów koronowo-korzeniowych. Próby użycia włókien węglowych do wzmacniania akrylowych płyt protez zębowych w większości przypadków kończyły się niepowodzeniem, z uwagi na ciemny kolor włókien i nieakceptowalny efekt estetyczny wykonanych uzupełnień protetycznych (80).

4.2.2.3. Włókna aramidowe

Należą do grupy włókien syntetycznych wytwarzanych z poliamidów, czyli związków zawierających w łańcuchu głównym makrocząsteczek charakterystyczne ugrupowanie amidowe $-C(O)-NH-$. Włókna aramidowe występują w dwóch odmianach: *para-* lub *meta-*, zależnie od położenia wiązań chemicznych w grupie aramidowej. We włóknach *para*-aramidowych są one zorientowane równoległe do osi włókna, zaś we włóknach *meta*-aramidowych takie ułożenie nie występuje. Sprawia to iż, włókna *meta*-aramidowe nie posiadają

tak dużej wytrzymałości jak włókna *para*-aramidowe, mają mniejszy moduł Younga oraz mniejszą odporność na promieniowanie UV (27, 53, 66, 86, 90).

Najbardziej rozpowszechnione włókna aramidowe produkowane są przez firmę DuPont (Stany Zjednoczone) i znane są pod nazwą handlową Kevlar®. Jest to poliamid aromatyczny o dużym stopniu zorientowania (*para*-amid). Jego budowę chemiczną przedstawiono na rycinie 4.

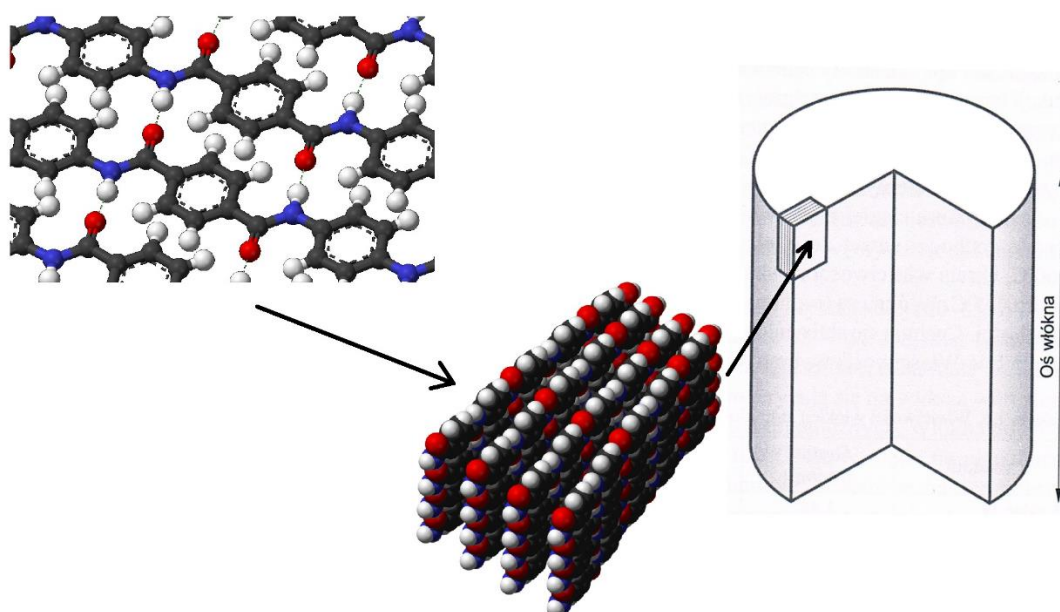


Ryc. 4. Wzór strukturalny Kevlaru®, (źródło: 27)

Sztywne aramidowe makrocząsteczki są we włóknach zorientowane równoległe do osi włókna, tworząc płaszczyzny, w których występują wiązania wodorowe pomiędzy makrocząsteczkami i silne wiązania kowalencyjne wzdłuż łańcucha głównego, zorientowane równoległe. Włókna aramidowe zawdzięczają wysoką wytrzymałość na rozciąganie układowi następujących po sobie ugrupowań aromatycznych i wiązań amidowych, tworzących przyległe, warstwowe, uporządkowane struktury o dużej sztywności, dużej orientacji makrocząsteczek i ich organizacji w trójwymiarowe struktury przestrzenne równoległe do osi włókna (27). Budowę włókna aramidowego przedstawiono na rycinie 5.

Kevlar® (PPTA – politereftalano-1,4-fenylodiamid) otrzymuje się w wyniku reakcji polikondensacji chlorków kwasów dikarboksylowych z aminami aromatycznymi. Włókna poliaramidowe są produkowane metodą wytłaczania lub przędzenia z roztworu, w którym rozpuszczalnikiem najczęściej jest kwas siarkowy (VI) – H_2SO_4 . Włókna poddawane są obróbce mechanicznej w celu uzyskania wysokiego stopnia orientacji makrocząsteczek. Kevlar® cechuje się dużą wytrzymałością i dużym modułem sprężystości. Ponadto charakteryzuje się małą

gęstością i wysoką wytrzymałością na rozciąganie, natomiast nieco niższą wytrzymałością na ściskanie (46, 157). Włókna aramidowe produkowane są w postaci rovingu, tkanin i mat, często również w połączeniu z innymi typami włókien jako tkaniny hybrydowe. Pojedyncze włókna aramidowe mają średnicę około 10 μm . Cechują się słabą adhezją do polimerów i nie są odporne na promieniowanie UV. Ze względu na zdolność absorbowania energii znalazły zastosowanie w produkcji silnie obciążonych elementów pracujących w konstrukcjach lotniczych i kosmicznych, jak również w kamizelkach kuloodpornych, hełmach i przegrodach balistycznych. Dotychczas ich zastosowanie w medycynie oraz stomatologii było znikome (66, 144).



Ryc. 5. Przestrzenna struktura planarna włókna aramidowego i ułożenie makrocząsteczek w płaszczyźnie łańcucha głównego (opracowanie własne).

4.3. Zmiany strukturalne w kompozytach wzmacnianych włóknami ciągłymi

Wieloletnie obserwacje kliniczne wykazały różną trwałość uzupełnień protetycznych z zastosowaniem FRC (1). Wybór materiału użytego do wykonania uzupełnienia braków zębowych musi uwzględniać jego lokalizację, stan uzębienia strony przeciwstawnej oraz możliwości pacjenta w generowaniu sił żucia. Należy również pamiętać, że materiał lub rodzaj uzupełnienia protetycznego dostatecznie wytrzymały wobec sił działających w odcinku przednim może być

niewystarczający w odcinku bocznym. Według licznych źródeł, pomiar sił okluzyjnych w różnych badaniach mieści się w przedziale od 200 do nawet 3500 N (17, 41, 132). Siły okluzyjne wyzwalane pomiędzy zębami u osób dorosłych są największe w odcinku bocznym, szczególnie o okolicy drugich zębów trzonowych znajdujących się najbliżej osi ruchu zawiasowego żuchwy i zmniejszają się w kierunku zębów siecznych. Równie ważna, jak badanie sił wyzwalanych w naturalnym uzębieniu, jest analiza sił i naprężeń działających na uzupełnienia stomatologiczne. Siły okluzyjne w zakresie pierwszych zębów trzonowych, wyzwalane u pacjentów użytkujących uzupełnienia stałe odbudowujące utracone zęby stanowią około 40% sił generowanych przez pacjentów z naturalnym uzębieniem. Maksymalna siła okluzyjna i reakcja tkanek przyzębia zmienia się, m. in.: wraz z wiekiem, typem okluzji oraz lokalizacją uzupełnienia protetycznego (9, 57, 113). Podczas żucia i połykania żuchwa porusza się głównie w kierunku pionowym. Podczas jej przywodzenia i uzyskiwania kontaktów przez łuki zębowe przeważają siły, które również mają pionowy kierunek i są one dobrze tolerowane przez uzupełnienia protetyczne. Jednakże podczas epizodów bruxizmu oraz aktywności parafunkcjonalnych przykładane są dużo większe siły niż te związane z aktywnością funkcjonalną. Wielu badaczy wykazało również obecność niedużych, ale bardzo częstych obciążeń, dodatkowo skierowanych poziomo lub skośnie, a to w konsekwencji może spowodować poważne zaburzenia zarówno struktur narządu żucia, jak i uzupełnień protetycznych (168, 171). Zatem projektując oraz wykonując uzupełnienia protetyczne typu FRC należy zwrócić szczególną uwagę na uzyskanie odpowiedniej wytrzymałości oraz sztywności konstrukcji, tak aby była w stanie wytrzymać obciążenia generowane w układzie stomatognatycznym zarówno w warunkach fizjologicznych jak i patologicznych.

Kompozyty FRC podatne są na procesy zmian strukturalnych, które na ogół powodują niekorzystne zmiany właściwości mechanicznych oraz innych charakterystyk tych materiałów. Zmiany te dotyczą częściowego rozkładu polimeru na fragmenty o dużych, ale mniejszych od wyjściowego polimeru masach cząsteczkowych (90). Jest to zatem proces degradacji będący wynikiem przemian fizycznych lub chemicznych zachodzących w polimerowych materiałach kompozytowych pod wpływem długotrwałego działania czynników zewnętrznych wywołujących pogorszenie pierwotnych własności tych materiałów (43, 58). W większości pozycji literatury odnoszącej się do analizy kompozytów FRC

i mechanizmów ich niszczenia wyróżnia się charakterystyczne dla nich, najczęściej występujące po sobie etapy degradacji: pęknięcie osnowy (imperfekcje), delaminacje związane z pękaniem adhezyjnym (pęknięcie włókno-osnowa oraz pęknięcie warstwy) oraz zniszczenia włókien, które mogą prowadzić do całkowitej degradacji FRC (8, 43, 58, 101). Wśród degradacji kompozytów wyróżnia się: fizyczne, chemiczne oraz mechaniczne. Degradacje fizyczne obejmują rozwijające się samorzutnie procesy porządkowania struktury związane z obniżeniem energii wewnętrznej materiału, natomiast degradacje chemiczne powodują zmiany struktury molekularnej kompozytu, która zachodzi pod wpływem substancji (np. ślina, woda, alkohol) lub czynników fizycznych (np. promieniowanie). Degradacje mechaniczne kompozytów polimerowych zachodzą pod wpływem zmiennych w czasie obciążeń stałych, udarowościowych lub zmęczeniowych i związane są ze zmianami struktury materiału o zasięgu lokalnym bądź dotyczą całego elementu. Zazwyczaj tego typu uszkodzenia w kompozytach wzmocnionych włóknami są trudne do wykrycia z uwagi na ich powstawanie na powierzchni poddanej obciążeniu, po stronie przeciwnej (zazwyczaj niewidocznej) do powierzchni obciążanej lub wewnątrz struktury (92). Z tego powodu określenie na drodze badawczej właściwości fizyko-mechanicznych materiałów stosowanych w wykonawstwie uzupełnień protetycznych wydaje się zasadne.

5. Cel pracy

Głównym celem pracy była ocena danych dotyczących cech fizyko-mechanicznych materiałów mogących mieć zastosowanie w wykonawstwie stałych uzupełnień protetycznych wzmocnionych włóknami: klasycznych mostów wykonanych z kompozytów i specjalnych mostów adhezyjnych, koron kompozytowych oraz wkładów koronowo-korzeniowych.

Zaplanowano cele szczegółowe pracy:

1. Ocena parametrów wytrzymałościowych materiału złożonego wzmocnionego jednym pojedynczym pasmem włókien sztucznych.
2. Ocena parametrów wytrzymałościowych materiału złożonego wzmocnionego dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych.
3. Analizę porównawczą parametrów wytrzymałościowych materiału złożonego wzmocnionego jednym pojedynczym a dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych.
4. Analizę mechanicznych zmian strukturalnych powstałych w wyniku badań wytrzymałościowych.
5. Ocena wad w układzie materiał włókno sztuczne powstałych na etapie wytwarzania próbek.

6. Materiał do badań

Materiał do badań obejmował próbki kompozytu wzmocnionego pojedynczymi (jednym lub dwoma) pasmami włókien. Zastosowano pasma włókien: szklanych, węglowych i aramidowych oraz stworzonych na potrzeby tej pracy pasma hybrydowe: szklano-węglowe, węglowo-aramidowe oraz szklano-aramidowe. Próbki do badań wytrzymałościowych zostały przygotowane zgodnie z wytycznymi Międzynarodowej Normy PN-EN ISO 4049:2019-07 (44), która określa wymagania dotyczące stomatologicznych materiałów polimerowych (Załącznik nr 1). W badaniach wytrzymałościowych zastosowano światłoutwardzalny kompozyt Gracia Direct Posterior w kolorze A2 (GC Corporation, Tokyo, Japonia) o składzie 7,7,9 (lub -7,9,9) - trimetylo-4,13-dioekso-3,14-dioeksa-5,12-diazaheksadekano-1, 16-diylobismetakrylan, trifluorek iterbu, (oktahydro-4,7 -metano-1-indenedyl) bis(metyleno)bismetakrylan oraz kompatybilny z kompozytem materiał łączący G Bond (GC Corporation, Tokyo, Japonia) składający się z: metakrylanu 2-hydroksyetylu, dimetakrylanu uretanu i katalizatorów. Wzmocnienie kompozytu stanowiły pojedyncze pasma włókien połączone ze sobą bez skrętu (*ang. roving form*):

- włókna szklane o dł. 25 mm
- włókna węglowe o dł. 25 mm
- włókna aramidowe o dł. 25 mm
- hybryda włókien szklanych i węglowych o dł. 25 mm
- hybryda włókien szklanych i aramidowych o dł. 25 mm
- hybryda włókien węglowych i aramidowych o dł. 25 mm

Stosunek wagowy włókien we wszystkich hybrydach wynosił 1:1. Masa liniowa rovingu wszystkich rodzajów włókien mieściła się w zakresie 200 – 240 tex. Najmniejszą średnicę włókna elementarnego miały włókna węglowe, która wynosiła około 10 μm . Charakterystykę włókien zastosowanych w badaniach przedstawiono w tabeli I.

Tabela I. Charakterystyka włókien zastosowanych w badaniach (dane producentów).

	Włókna szklane	Włókna węglowe	Włókna aramidowe
Producent	ATG	TORAY 3K	Kevlar 1100D
Typ	E	---	---
Gramatura [g/m²]	200	240	200
Średnica włókna elementarnego [μm]	≈16	≈10	≈12
Masa liniowa rovingu [tex]	200	240	200
Liczba Poissona	0,22	0,31	0,36
Skład chemiczny	SiO ₂ (53-55 wt%), CaO (20-24 wt%), MgO (20-24 wt%), Al ₂ O ₃ (14-16 wt%), B ₂ O ₃ (6-9 wt%),	C (99 wt%), Inne (1 wt%)	Poli-para fenylenotereftal amid

6.1. Rozkład próbek

Badaniom poddano **130 próbek**, w tym **grupę badaną** stanowiło łącznie **120 próbek** kompozytu z obecnością włókien sztucznych zastosowanych jako wzmocnienie i **grupę kontrolną**, która obejmowała serię **10 próbek** kompozytu bez dodatku włókien. Grupę badaną podzielono na **dwie podgrupy**, z których każda składała się z **6 serii po 10 próbek**. Próbki w podgrupie pierwszej wzmocniono jednym pojedynczym pasmem włókien sztucznych, natomiast próbki w podgrupie drugiej wzmocniono dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych.

Przyjęto następujące oznaczenia próbek w grupie kontrolnej oraz w grupie badanej:

Grupa kontrolna:

KONT próbki kompozytu bez dodatku włókien sztucznych

Grupa badana:

Podgrupa I:

SKL 1 próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem włókien szklanych

WGL 1 próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem włókien węglowych

AMD 1 próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem włókien aramidowych

SKL-WGL 1 próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem hybrydy włókien szklanych i węglowych

SKL-AMD 1 próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem hybrydy włókien szklanych i aramidowych

WGL-AMD 1 próbki kompozytu wzmocnione jednym pojedynczym pasmem hybrydy włókien węglowych i aramidowych

Podgrupa II:

SKL 2 próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien szklanych

WGL 2 próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien węglowych

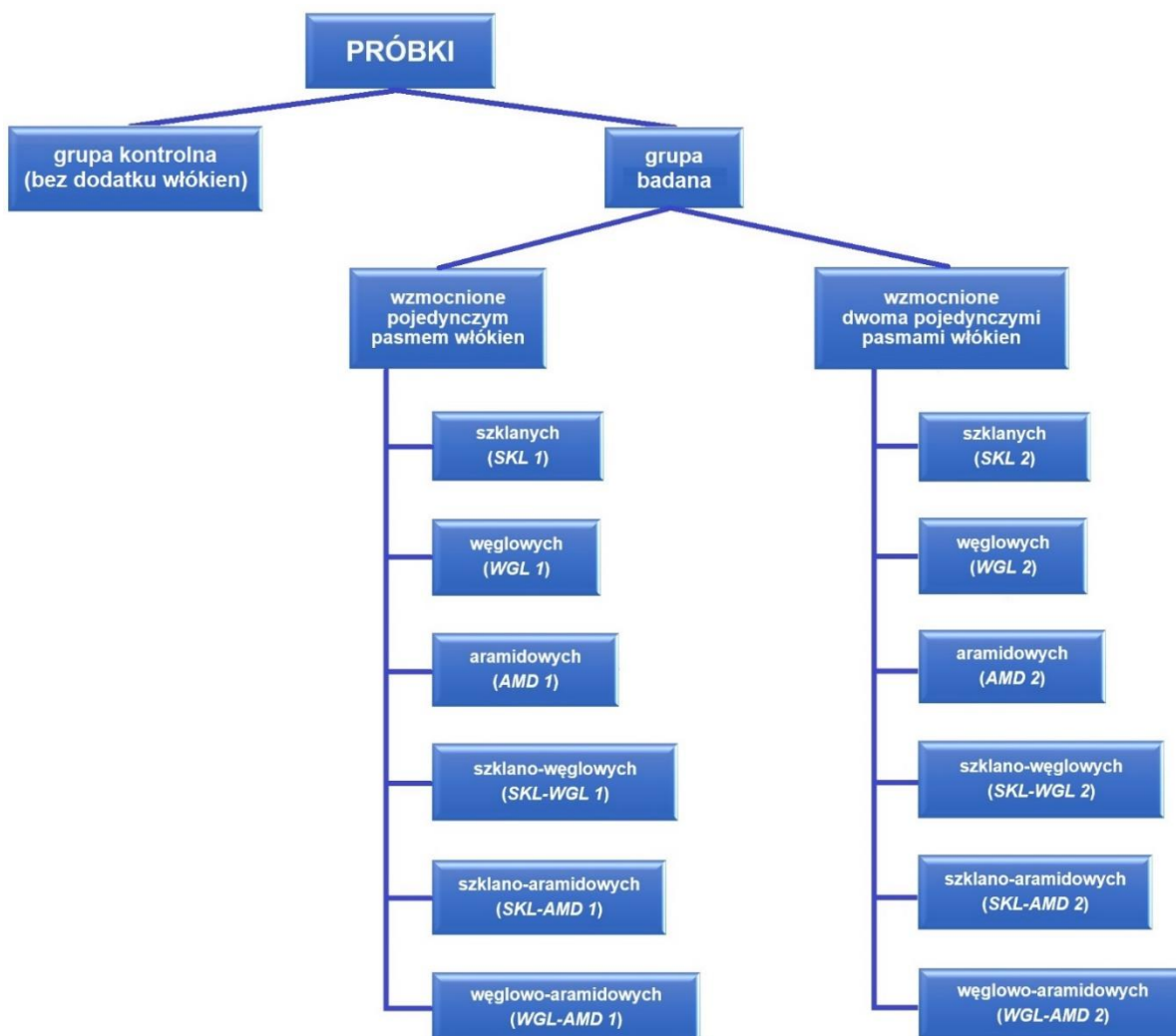
AMD 2 próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien aramidowych

SKL-WGL 2 próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami hybrydy włókien szklanych i węglowych

SKL-AMD 2 próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami hybrydy włókien szklanych i aramidowych

WGL-AMD 2 próbki kompozytu wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami hybrydy włókien węglowych i aramidowych

Rozkład wszystkich próbek przedstawiono schematycznie na rycinie 6.

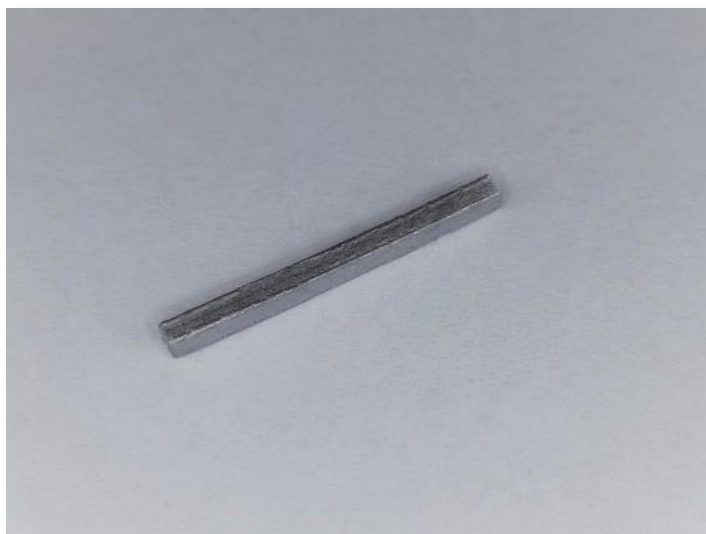


Ryc. 6. Rozkład próbek zastosowanych w badaniach.

6.2. Materiał do badań wytrzymałościowych

6.2.1. Sposób wykonania próbek

Wzorcowy kształt próbki stanowił wyfrezowany ze stali nierdzewnej prostopadłościan o wymiarach: $25 \pm 0,1$ mm długości, $2 \pm 0,1$ mm szerokości i $2 \pm 0,1$ mm wysokości (fot. 1). Następnie metalowy prostopadłościan powielono przy użyciu silikonu (*Elite Double 22 Fast, Zhermack, Włochy*) stosowanego w stomatologii do powielania modeli. Jeden silikonowy negatyw wzorcowej próbki posłużył jako forma do wykonania 10 próbek (fot. 2). Łącznie przygotowano 13 negatywów.



Fot. 1. Prostopadłościan ze stali nierdzewnej stanowiący wzorcowy kształt próbki.



Fot. 2. Silikonowa forma (negatyw) wykonana na podstawie metalowego wzorcowego prostopadłościanu służąca do wykonania próbek.

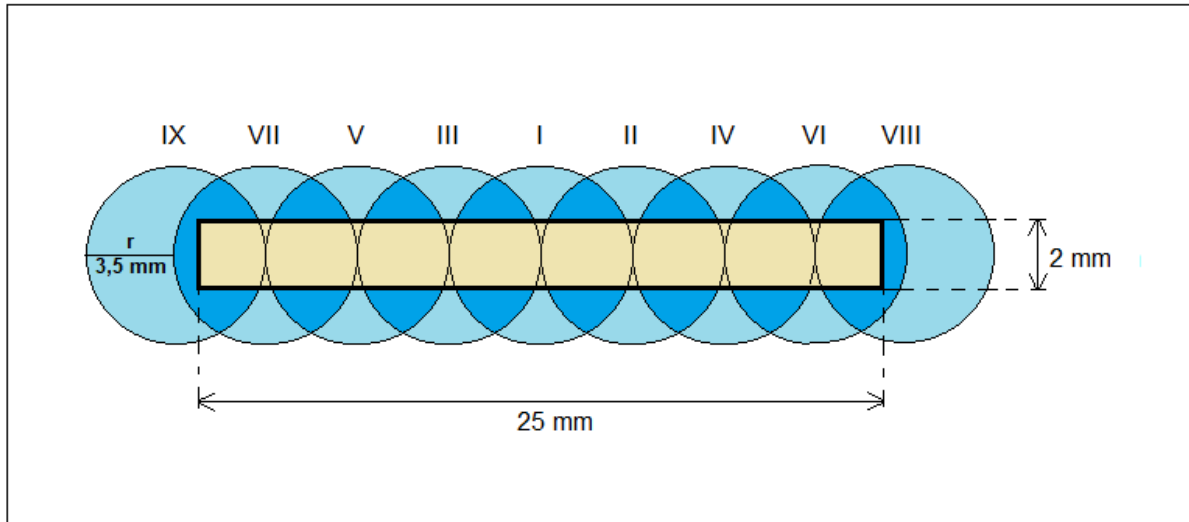
Wszystkie próbki zostały wykonane metodą ręczną, inaczej nazywaną kontaktową. Polegała ona na warstwowej aplikacji kompozytu oraz w grupie badanej włókien sztucznych stanowiących wzmocnienie. Temperatura powietrza w pomieszczeniu podczas wykonywania próbek wynosiła 23°C, natomiast wilgotność powietrza mieściła się w zakresie 43 – 47%.

6.2.2. Wykonanie próbek grupy kontrolnej

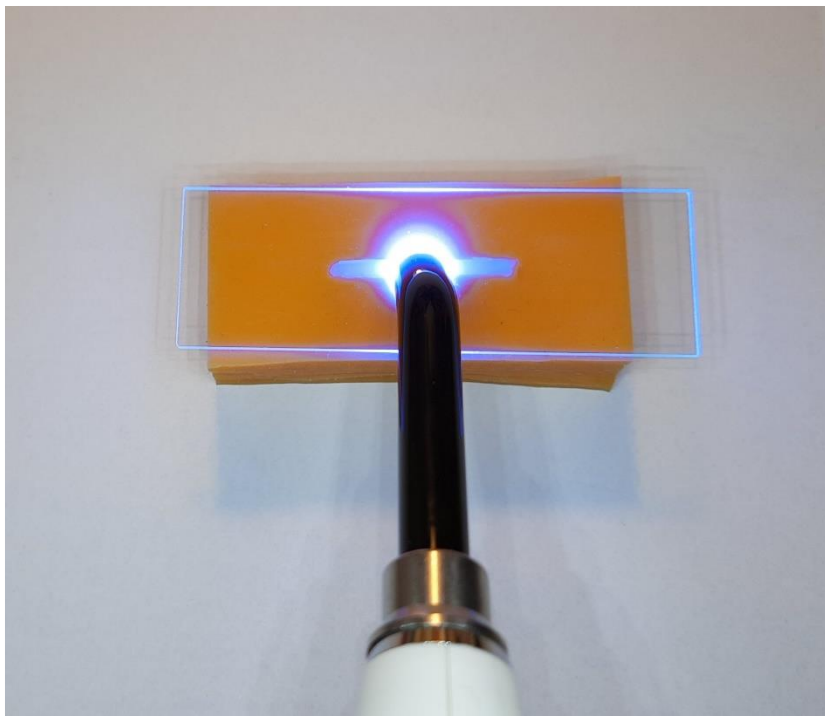
W formie silikonowej umieszczano porcjami kompozyt (*Gradia Direct Posterior*), który kondensowano upychadłem kulkowym oraz nakładaczem stomatologicznym (fot. 3). Po całkowitym wypełnieniu formy kompozytem stomatologicznym przystąpiono do polimeryzacji materiału złożonego. Według zaleceń producenta kompozyt polimeryzowano przy pomocy lampy polimeryzacyjnej LED.B Woodpecker (*Guilin Woodpecker Medical Instrument Co. Ltd., Chiny*) o długości fali emitowanego światła 420-480 nm i mocy $> 1000 \text{ mW/cm}^2$. Średnica końcówki lampy polimeryzacyjnej wynosiła 7 mm. Zgodnie z zastosowaną normą PN-EN ISO 4049:2019-07 proces polimeryzacji przebiegał w serii 9 następujących po sobie naświetlań trwających 50 sekund każdy (44), (ryc. 7). Podczas przeprowadzania procesu polimeryzacji wierzchnia warstwa próbki była oddzielona od końcówki lampy polimeryzacyjnej mikroskopowym szkiełkiem podstawowym o grubości 1 mm (fot. 4). Tak przeprowadzony proces polimeryzacji umożliwił powtarzalność zastosowanej metody dla każdej próbki. Następnie próbkę wyjmowano z silikonowej formy oraz ponownie polimeryzowano z każdej strony, zgodnie z zadaną w normie PN-EN ISO 4049:2019-07 sekwencją naświetlań (44). Kształt oraz wymiary próbki w grupie kontrolnej przedstawiono na rycinie 8.



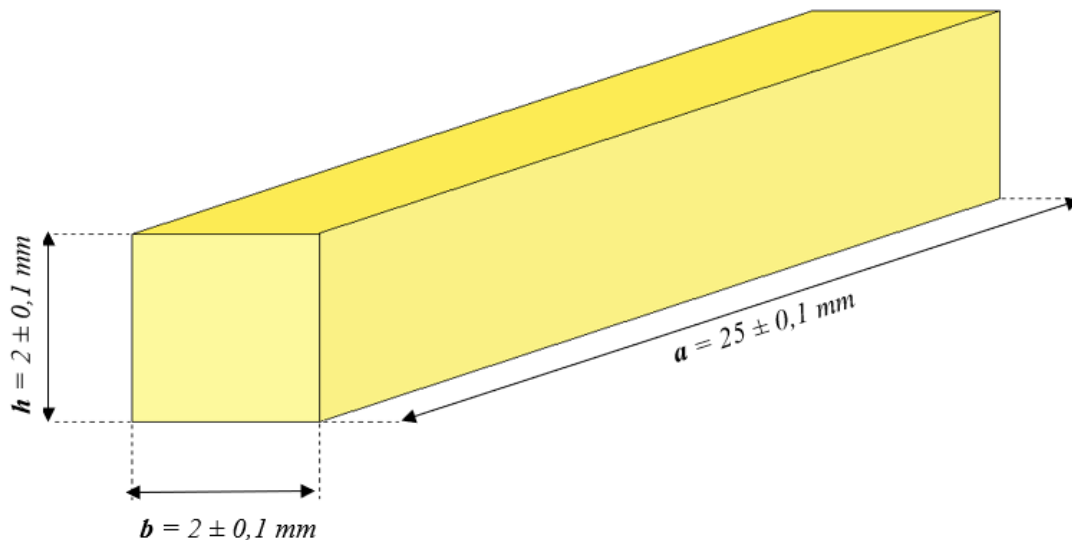
Fot. 3. Kondensacja materiału kompozytowego przy pomocy nakładacza stomatologicznego.



Ryc. 7. Schemat dziewięciu serii polimeryzacji jednej strony próbki. Cyframi rzymskimi zaznaczono kolejność przyłożenia końcówki lampy polimeryzacyjnej do powierzchni próbki (opracowanie własne).



Fot. 4. Proces polimeryzacji przy użyciu lampy polimeryzacyjnej. Widoczne mikroskopowe szkiełko podstawowe dystansujące końcówkę lampy od wierzchniej warstwy próbki.



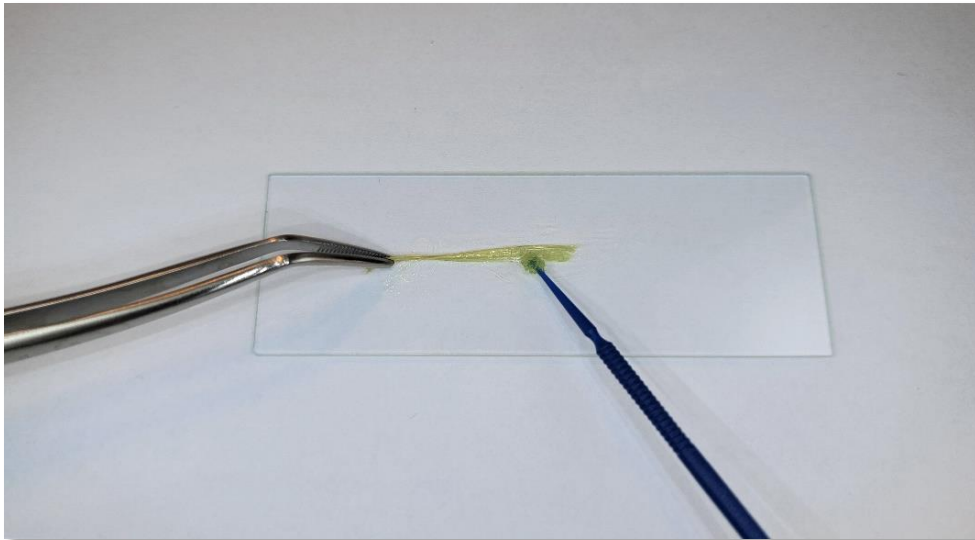
Ryc. 8. Kształt oraz wymiary próbki grupy kontrolnej (opracowanie własne).

6.2.3. Wykonanie próbek grupy badanej

6.2.3.1. Przygotowanie włókien sztucznych

Wiązki włókien szklanych, węglowych, aramidowych oraz hybrydy włókien szklanych i węglowych, szklanych i aramidowych, węglowych i aramidowych, przemyto acetonem (*Alchem, Polska*), w celu usunięcia z powierzchni włókien apretury¹ oraz ewentualnych zanieczyszczeń powstałych w wyniku procesu produkcyjnego. Następnie wszystkie rodzaje włókien w celu aktywacji powierzchni poddano obróbce utleniającej umieszczając je na 15 min w wodzie utlenionej (3% roztwór H_2O_2). Po wyjęciu włókien z wody utlenionej, włókna suszono w suszarce laboratoryjnej SLN 115 (*POL-EKO-APARATURA, Polska*) w temperaturze 50°C przez 2 godziny. Po osuszeniu włókien, pocięto każdą wiązkę na krótsze odcinki o długości 25 mm, odpowiadające długości próbki, a następnie umieszczano je na mikroskopowym szkiełku podstawowym oraz nasączano materiałem łączącym (fot. 5). Wiązki włókien po nasączeniu przykrywano na 5 minut folią aluminiową w celu ochrony przed działaniem światła z otoczenia. Po upływie określonego w normie PN-EN ISO 4049:2019-07 czasu nadmiar materiału łączącego odsączano przy pomocy bibuły filtracyjnej (44).

¹ substancja stosowana w końcowym etapie obróbki tkanin w celu poprawienia ich właściwości użytkowych



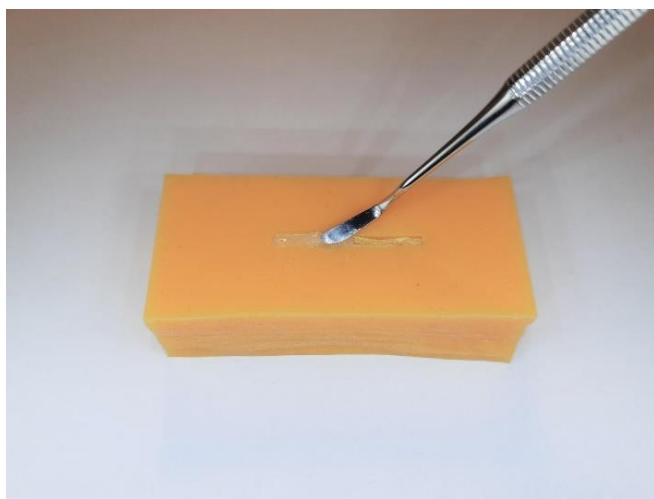
Fot. 5. Nasączenie wiązki włókien materiałem łączącym.

6.2.3.2. Próbki wzmocnione jednym pojedynczym pasmem włókien sztucznych

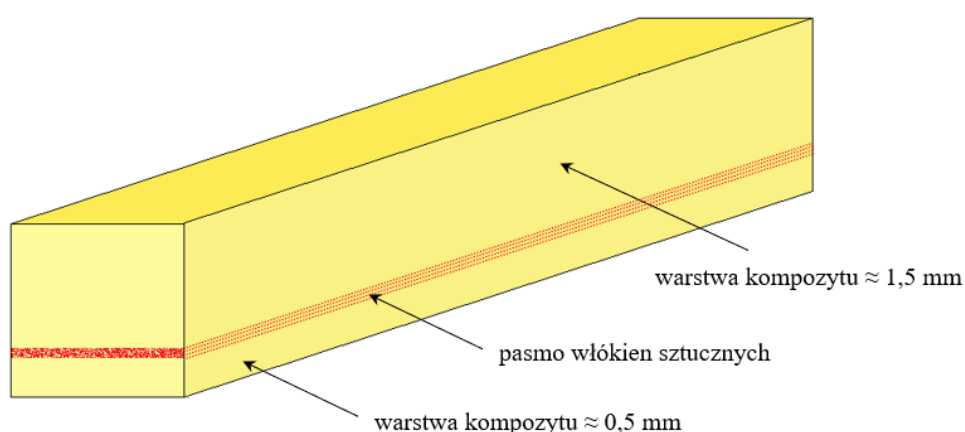
W formie silikonowej umieszczano kolejno: pierwszą warstwę kompozytu o grubości 0,5 mm, pojedynczą wiązkę danego włókna sztucznego, którą pokryto drugą 1,5 mm warstwą kompozytu (fot. 6, 7) Dalsze postępowanie i proces polimeryzacji przebiegał w taki sam sposób jak podczas wykonywania próbek z grupy kontrolnej. Pojedyncze pasmo włókien sztucznych stanowiło $\approx 2\%$ wagowych próbki. Schematyczny układ warstw w próbce wzmocnionej pojedynczym pasmem włókien przedstawiono na rycinie 9.



Fot. 6. Umieszczenie wiązki włókien na pierwszej warstwie kompozytu.



Fot. 7. Pokrycie wiązki włókien drugą warstwą kompozytu.

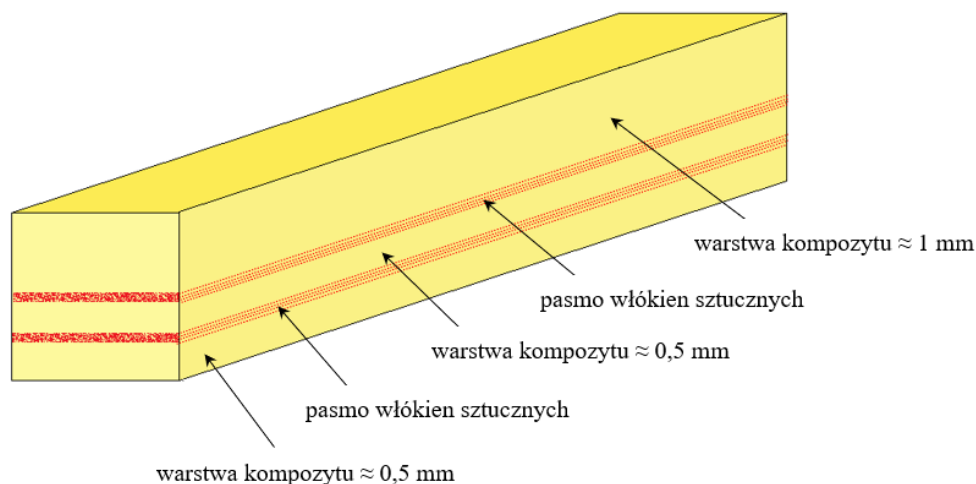


Ryc. 9. Układ warstw w próbce wzmocnionej jednym pojedynczym pasmem włókien sztucznych (opracowanie własne).

6.2.4. Próbki wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych

W formie silikonowej aplikowano kolejno: pierwszą warstwę kompozytu o grubości 0,5 mm, pierwszą wiązkę włókien sztucznych, którą pokryto drugą 0,5 mm warstwą kompozytu. Następnie układano drugą wiązkę włókien sztucznych oraz dopełniano formę trzecią warstwą kompozytu do wysokości 2 mm. Dalsze postępowanie i proces polimeryzacji przebiegał w taki sam sposób jak podczas wykonywania próbek z grupy kontrolnej. Dwa pojedyncze pasma włókien

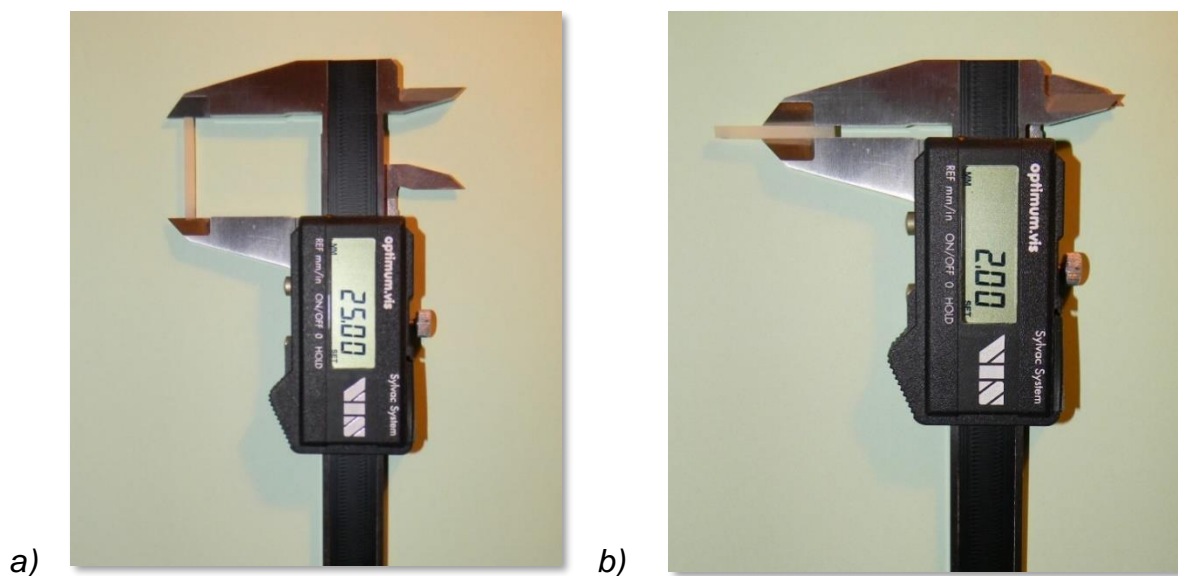
szucznych stanowiły $\approx 4\%$ wagowych próbki. Schematyczny układ warstw w próbce wzmocnionej dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych przedstawiono na rycinie 10.



Ryc. 10. Układ warstw w próbce wzmocnionej dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych (opracowanie własne).

6.2.5. Warunki przechowywania oraz obróbka próbek przed wykonaniem badań wytrzymałościowych

Po przeprowadzeniu procesu polimeryzacji każdą próbkę przechowywano w wodzie destylowanej o temperaturze $37 \pm 1^\circ\text{C}$ przez 15 minut. Po upływie określonego czasu próbki wyjmowano z wody, osuszano przy pomocy bibuły filtracyjnej oraz przystępowano do zeszlifowania nadmiaru kompozytu tak, aby próbki osiągnęły zadany kształt. Szlifowanie odbywało się poprzez obróbkę ręczną wykorzystując papier ścierny do szlifowania na sucho o dwóch gradacjach ziarna. Jako pierwszego użyto papieru o gradacji ziarna 320, a następnie aby wygładzić powierzchnię użyto papieru o gradacji 1000. Wymiary próbek podczas obróbki były kontrolowane przy użyciu suwmiarki elektronicznej MAUa-E (*Fabryka Wyrobów Precyzyjnych "VIS" S.A, Polska*) z dokładnością do 0,01 mm (fot. 8). Tak przygotowane próbki przechowywano przez 24 godziny w wodzie destylowanej o temperaturze $37 \pm 1^\circ\text{C}$ do czasu rozpoczęcia badań wytrzymałościowych.



Fot. 8. Kontrola wymiarów: a) wysokości, b) długości próbki przy użyciu suwmiarki elektronicznej MAUa-E.

6.3. Materiał do badań mikroskopowych

6.3.1. Materiał do badań w mikroskopie cyfrowym

Materiał do badań strukturalnych w mikroskopie cyfrowym stanowiły próbki poddane testowi na zginanie trójpunktowe w maszynie wytrzymałościowej. Przygotowanie próbek do obserwacji obejmowało jedynie oczyszczenie próbek sprężonym powietrzem z ewentualnych zanieczyszczeń powstałych podczas badań wytrzymałościowych.

6.3.2. Materiał do badań w skaningowym mikroskopie elektronowym (SEM)

6.3.2.1. Przygotowanie przełamów próbek

Przygotowanie przełamów próbek składało się z kilku etapów. Rozpoczęto od oczyszczenia próbek z zanieczyszczeń przy pomocy sprężonego powietrza. Następnie próbki zostały przymocowane do aluminiowego stolika pokrytego taśmą węglową. Zastosowana taśma węglowa przystosowana do użycia w SEM miała za zadanie utworzyć warstwę przewodzącą, zapewniającą odprowadzenie ładunków elektrycznych z próbki. Stolik z próbkami umieszczono w napylarce

Polaron (*Equipment Ltd., Wielka Brytania*). Na każdą próbkę napyłono kilku nanometrową warstwę złoto-palladu. Parametry napyłania były następujące: $t = 100$ s, $I = 10$ mA, $U = 2$ kV. Pokrycie próbek złoto-palladem miało na celu poprawę kontrastu i lepszego odwzorowania szczegółów. Tak przygotowane próbki umieszczono w odpowiedniej komorze SEM.

6.3.2.2. Przygotowanie zglądów próbek

Po wykonaniu obserwacji przełomów próbek w SEM przystąpiono do przygotowania zglądów², które w pierwszym etapie polegało na: inkludowaniu, czyli umieszczeniu próbek w uchwytach i zatopieniu ich w żywicy epoksydowej w specjalnie służącym do tego celu plastikowym pierścieniu $\varnothing 40$ mm (fot. 9).



Fot. 9. Przygotowanie próbek do procesu inkludowania.

Zastosowano żywicę epoksydową Araldite RD (*Robnor ResinLab Ltd, Wielka Brytania*), która jest odporna na warunki wysokiej próżni oraz na działanie wiązki elektronów. Po związaniu żywicy i usunięciu plastikowego pierścienia otrzymano formę w kształcie walca o $\varnothing 40$ mm z zatopionymi próbkami. Następnie formę z próbkami szlifowano na mokro przy pomocy szlifierki Metkon Digiprep (*Metkon Instruments Inc., Turcja*). Użyto papieru ściernego o gradacji ziarna od 100 do 4000.

² def. Zgląd – szlif, gładka powierzchnia próbki odpowiednio oszlifowana i wypolerowana w celu analizy mikroskopowej

Przy zmianie gradacji ziarna zmieniano kierunek szlifowania o 90°. Do polerowania użyto dwie pasty diamentowe o gradacji 6,3 i 1 μm oraz mieszaniny wodnej Al_2O_3 w zakresie gradacji od 0,1 do 0,05 μm . Przygotowaną formę umieszczono w napyłarce Polaron (*Equipment Ltd., Wielka Brytania*). Na każdą próbkę napyłono kilku nanometrową warstwę złoto-palladu. Parametry napyłania były następujące: $t = 100 \text{ s}$, $I = 10 \text{ mA}$, $U = 2 \text{ kV}$. Tak przygotowana forma została przymocowana do aluminiowego stolika przy pomocy taśmy węglowej zapewniającej odprowadzenie ładunków elektrycznych z próbki podczas obserwacji w SEM (fot. 10). Następnie próbki umieszczono w odpowiedniej komorze SEM.



Fot. 10. Forma z próbkami z przyklejoną od spodu taśmą węglową przygotowana do obserwacji w SEM.

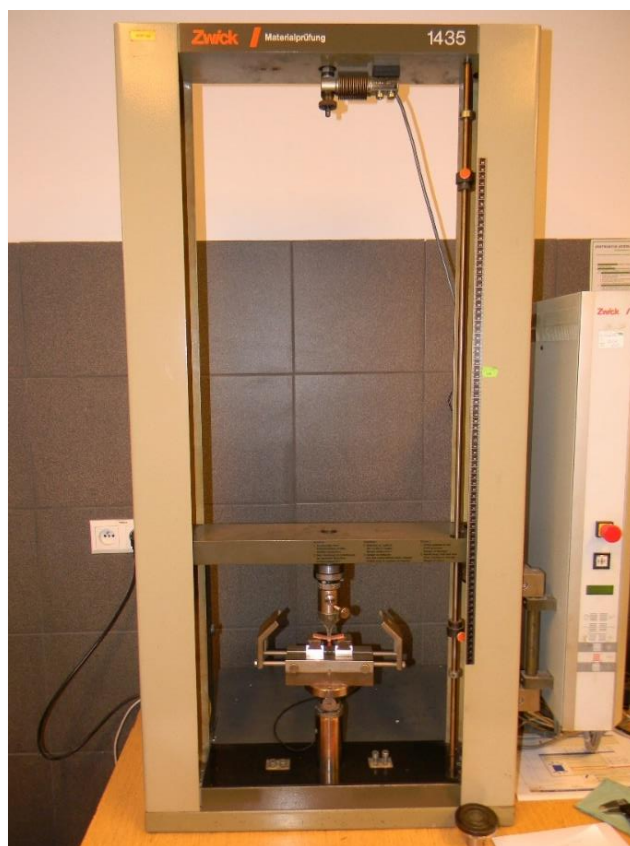
7. Metody badań

W pracy przeprowadzono badania wytrzymałościowe oraz mikroskopowe badania strukturalne. Zastosowano test na zginanie trójpunktowe kompozytu stomatologicznego bez obecności włókien sztucznych (grupa kontrolna) oraz wzmocnionego włóknami sztucznymi (grupa badana). Wykonano test dla każdej próbki w celu wyznaczenia wartości czterech parametrów wytrzymałościowych: maksymalnej siły zginającej (F_{max}), strzałki ugięcia (ϵF_{max}), wytrzymałości na zginanie (σ) oraz modułu Younga (E). Badania przeprowadzono zgodnie z normą PN-EN ISO 4049:2019-07 (44). Po przeprowadzonych badaniach wytrzymałościowych przełomy próbek oraz ich zgłady poddano analizom mikroskopowym przy użyciu mikroskopu cyfrowego oraz skaningowego mikroskopu elektronowego.

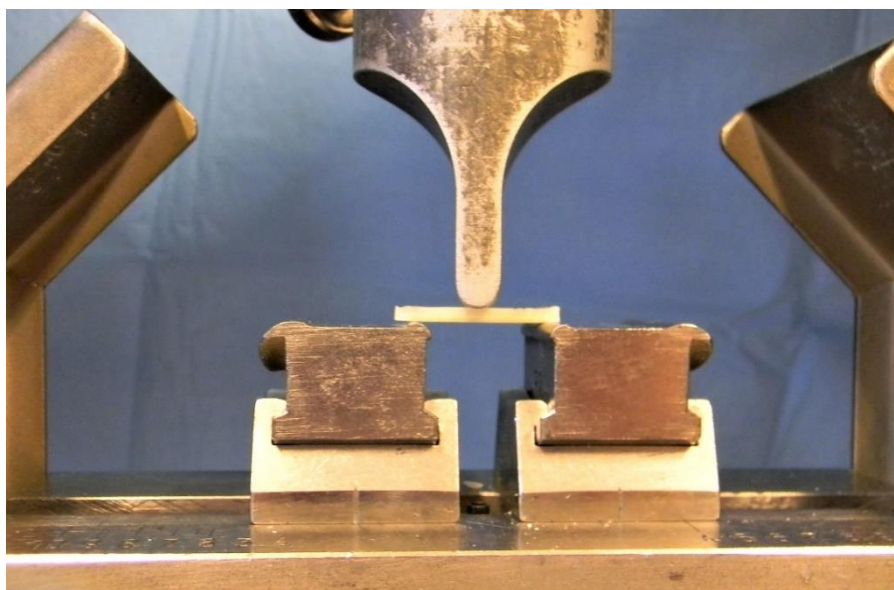
7.1. Badania wytrzymałościowe

Badania wytrzymałości mechanicznej próbek dotyczyły testu na zginanie trójpunktowe TFS (*ang. Three Point Flexure Strength*), który umożliwił określenie maksymalnej siły zginającej, strzałki ugięcia, wytrzymałości na zginanie oraz modułu Younga. Badania te, były przeprowadzone w Katedrze Biomateriałów i Kompozytów na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Ceramiki Akademii Górniczo-Hutniczej im. Stanisława Staszica w Krakowie. Statyczne próby na zginanie w trójpunktowym układzie obciążenia przeprowadzono przy użyciu certyfikowanej maszyny wytrzymałościowej Zwick 1435 (*Zwick/Roell GmbH & Co. KG, Niemcy*) z tensometrycznym czujnikiem głowicy pomiarowej siły w zakresie do 0,5 kN (fot. 11).

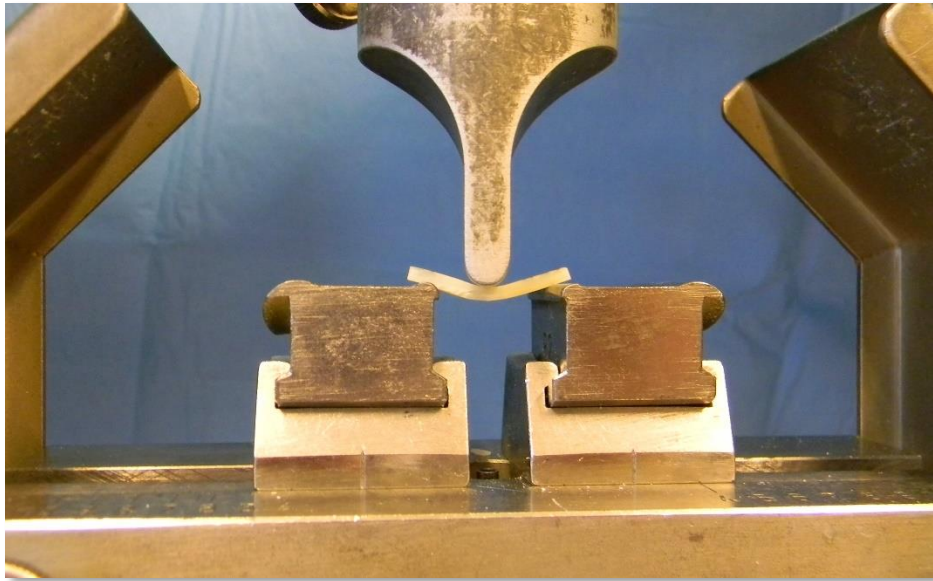
Po upływie 24 godzin od wykonania próbek, przed rozpoczęciem badań wytrzymałościowych wyjmowano je z wody destylowanej oraz osuszano przy pomocy bibuły filtracyjnej. Każdą próbkę umieszczano kolejno w maszynie wytrzymałościowej (fot. 12) i poddawano testowi na zginanie trójpunktowe (fot. 13). Prędkość przesuwu trzpienia obciążającego była stała i wynosiła 0,75 mm/min przy odległości między podporami 20 mm. Dopuszczalny błąd pomiaru nie przekraczał 0,02% wartości mierzonych wielkości mechanicznych. Badanie kończyło się w momencie pęknięcia lub złamania próbki (fot. 14).



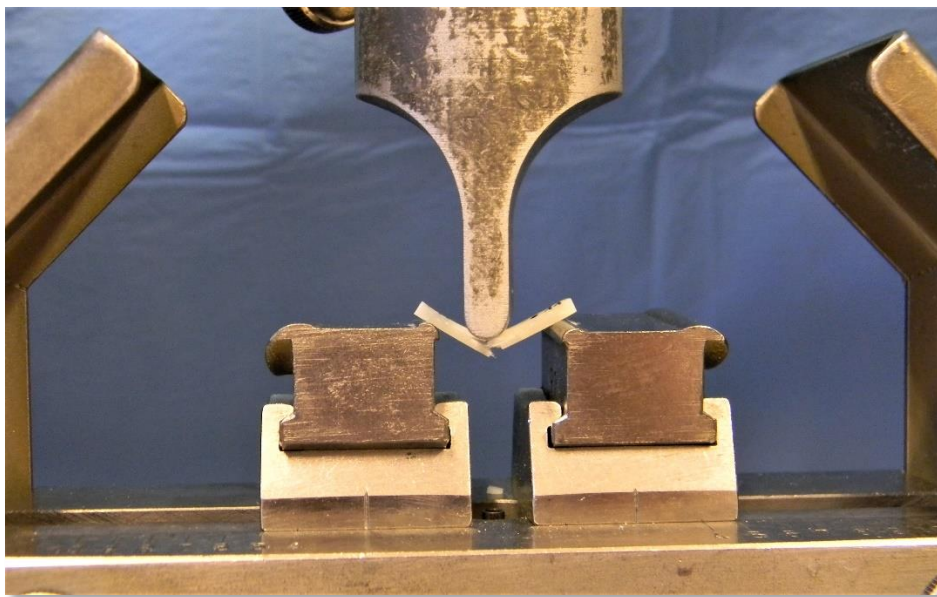
Fot. 11. Maszyna wytrzymałościowa Zwick 1435 (Zwick/Roell GmbH & Co. KG, Niemcy) przygotowana do przeprowadzenia testów zginania trójpunktowego.



Fot. 12. Próbką umieszczona w maszynie Zwick 1435 przed rozpoczęciem TFS.



Fot. 13. Próbkę podczas TFS w maszynie Zwick 1435.



Fot. 14. Zniszczona próbka po zakończeniu badań TFS w maszynie Zwick 1435.

Podczas badania, co 0,1 s rejestrowane były wartości parametrów, takich jak:

- wydłużenie względne określające różnice między długością końcową a początkową próbki, mierzoną w milimetrach (mm),
- obciążenie w jednostce Newton (N) opisujące siłę oddziałującą na próbkę podczas badania,
- odkształcenie jako odległość między określonymi punktami, zmieniającą się pod wpływem deformacji, mierzoną w jednostce mm/mm,

- o naprężenie jako stosunek siły do powierzchni badanej próbki, określane w jednostce Megapascal (MPa).

Cały proces zapisywany był w postaci danych liczbowych. Zależność pomiędzy obciążeniem a wydłużeniem rejestrowana była dla każdej próbki w postaci wykresu przez cały czas trwania badania.

7.1.1. Parametry wytrzymałościowe

Użycie oprogramowania testXpert® II (Zwick/Roell GmbH & Co. KG, Niemcy) umożliwiło wyznaczenie następujących parametrów wytrzymałościowych:

- **maksymalnej siły zginającej** (F_{max}), czyli maksymalnej siły działającej na daną belkę, odczytywanej z wykresu momentów gnących oraz obliczaną ze wzoru:

$$F_{max} = \frac{4 M_{g\ max}}{l} \quad [\text{N}]$$

gdzie:

$M_{g\ max}$ – moment zginający [Nm]

l – długość próbki między podporami [mm]

- **strzałki ugięcia** (εF_{max}), czyli maksymalnej odległości między odkształconą a nieodkształconą osią belki mierzoną prostopadle do nieodkształconej osi belki. Strzałkę ugięcia obliczono ze wzoru:

$$\varepsilon F_{max} = \frac{F_{max} l^3}{48 E J} \quad [\text{mm}]$$

gdzie:

F_{max} – maksymalna siła zginająca [N]

l – długość próbki między podporami [mm]

E – moduł Younga [GPa]

J – moment bezwładności przekroju próbki [mm⁴]

- **wytrzymałości na zginanie** (σ), czyli umownego naprężenia odpowiadającego największej sile obciążającej, uzyskanej w czasie przeprowadzania próby zginania. Po przekroczeniu tych naprężeń materiał ulega zniszczeniu. Wytrzymałość na zginanie obliczono ze wzoru:

$$\sigma = \frac{3 F_{max} l}{2 b h^2} \quad [\text{MPa}]$$

gdzie:

F_{max} – maksymalna siła zginająca [N]

l – długość próbki pomiędzy podporami [mm]

b – szerokość próbki [mm]

h – wysokość próbki [mm]

- **modułu Younga** (E), czyli wielkości określającej sprężystość materiału. Wyraża charakterystyczną dla danego materiału zależność względnego odkształcenia liniowego od naprężenia materiału, jakie w nim występuje w zakresie odkształceń sprężystych. Moduł Younga obliczono ze wzoru:

$$E = \frac{F_{max} l^3}{4 \varepsilon F_{max} b h^3} \quad [\text{GPa}]$$

gdzie:

F_{max} – maksymalna siła zginająca [N]

l – długość próbki pomiędzy podporami [mm]

εF_{max} – strzałka ugięcia [mm]

b – szerokość próbki [mm]

h – wysokość próbki [mm]

Analiza uzyskanych wyników powyższych parametrów wytrzymałościowych pozwala określić właściwości wytrzymałościowe materiałów stomatologicznych, co klinicznie implikuje możliwość zastosowania danego materiału w warunkach *in vitro*. Norma PN-EN ISO 4049:2019-07 (44) określa jedynie minimalną wartość graniczną wytrzymałości na zginanie, która wynosi minimum 80 oraz 50 MPa dla materiałów przeznaczonych odpowiednio do odbudowy powierzchni zgryzowych zęba oraz powierzchni pozostałych. Norma ta nie określa minimalnych wartości jakie muszą spełniać materiały złożone w zakresie pozostałych parametrów wytrzymałościowych. Z klinicznego punktu widzenia, w ocenie przydatności materiału do określonego zastosowania w stomatologii powinien on osiągać najwyższe możliwe wartości: wytrzymałości na zginanie, maksymalnej siły zginającej oraz modułu Younga przy możliwie niskich wartościach strzałki ugięcia.

7.2. Mikroskopowe badania strukturalne

7.2.1. Obserwacje mechanicznych zmian strukturalnych z zastosowaniem mikroskopu cyfrowego

W celu zbadania struktury próbek oraz ich przełomów po przeprowadzonych testach wytrzymałości na zginanie trójpunktowe wykonano analizy mikroskopowe. Obserwacje przeprowadzono przy zastosowaniu mikroskopu cyfrowego Keyence VHX-900F (*Keyence International, Belgia*), (fot. 15) znajdującego się w Pracowni Mikroskopowej Katedry Biomateriałów i Kompozytów na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Ceramiki Akademii Górniczo-Hutniczej im. Stanisława Staszica w Krakowie. Obserwacje w mikroskopie cyfrowym pozwoliły na wstępną ocenę oraz analizę stopnia degradacji mechanicznych próbek poddanych badaniom wytrzymałościowym.



Fot. 15. Mikroskop cyfrowy Keyence VHX-900F.

7.2.2. Obserwacje mechanicznych zmian strukturalnych z zastosowaniem SEM

Obserwacje przełomów próbek oraz ich zglądów przeprowadzono przy zastosowaniu Skaningowego Mikroskopu Elektronowego Hitachi TM 3000 (*Hitachi High Technology Corporation, Japonia*). Analizę mikroskopową wykonano w Pracowni Mikroskopowej Zakładu Materiałów Ceramicznych i Polimerowych na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej.

Do tworzenia obrazów w SEM wykorzystuje się efekty oddziaływania pierwotnej wiązki elektronów z elektronami atomów znajdujących się w strefie przypowierzchniowej próbki. W tym przypadku wykorzystano rejestrację sygnału elektronów wtórnych emitowanych przez próbkę w wyniku pobudzenia jej przez elektrony wiązki. Obrazowanie przeprowadzono w trybie niskiej próżni pod ciśnieniem 70Pa przy zastosowaniu energii wiązki równej 5kV. Każdą próbkę obserwowano w powiększeniach: 100-krotnym, 200-krotnym, 400-krotnym, 500-krotnym oraz 1000-krotnym.

8. Metody analizy statystycznej

Do analizy otrzymanych wyników wykorzystano programy: Microsoft Excel z pakietu Microsoft Office 2010 oraz Statistica v. 13. Oceniono następujące parametry statystyczne: średnią arytmetyczną oraz medianę – jako miary przeciętne, a także odchylenie standardowe. Podano również wartość minimalną oraz maksymalną. W celu sprawdzenia danych w kierunku nietypowych wartości oraz istnienia krzywoliniowości wykonano wizualne wykresy rozrzutu. Warunki stosowania testów parametrycznych (normalność rozkładów oraz jednorodność wariancji) oceniano testem Shapiro-Wilka i Levene'a. Przy niespełnieniu założeń zastosowano nieparametryczny test Manna-Whitneya dla dwóch niezależnych grup oraz Kruskala-Wallisa dla wielu grup. W konsekwencji zastosowania testów nieparametrycznych ilościową interpretację przeciętnych poziomów parametrów w grupach reprezentowała mediana i kwartyle. Siłę korelacji badanych parametrów wytrzymałościowych w grupach mierzono współczynnikami korelacji Pearsona i Spearmana. Przyjęty poziom istotności wynosił $\alpha = 0,05$.

9. Wyniki badań

9.1. Wyniki badań wytrzymałościowych

Przedziały wartości wszystkich badanych parametrów wytrzymałościowych (maksymalnej siły zginającej, strzałki ugięcia, wytrzymałości na zginanie oraz modułu Younga) dla badanych grup różniły się między sobą (tabele II – V).

9.1.1. Maksymalna siła zginająca

Dla próbek w grupie kontrolnej (KONT) wyniki mieściły się w zakresie 19,94 – 25,08 N osiągając przeciętną wartość 22,36 N, a różnica między skrajnymi wartościami wynosiła 5,14 N i była najmniejsza spośród wszystkich badanych próbek (tabela II).

Tabela II. Maksymalna siła zginająca dla poszczególnych grup z uwzględnieniem minimalnych i maksymalnych wartości, różnicy pomiędzy skrajnymi wartościami, średniej oraz mediany.

Próbki	Maksymalna siła zginająca [N]				
	Wartość minimalna	Wartość maksymalna	Różnica	Średnia	Mediana
KONT	19,94	25,08	5,14	21,96	22,36
SKL 1	21,83	63,05	41,22	47,12	49,92
WGL 1	31,38	45,21	13,83	37,52	37,83
AMD 1	29,78	80,04	50,26	61,58	63,16
SKL-WGL 1	25,12	42,97	17,85	34,18	34,01
SKL-AMD 1	40,11	70,6	30,49	53,73	54,35
WGL-AMD 1	28,71	43,17	14,46	36,63	35,31
SKL 2	36,86	65,66	28,8	48,26	47,16
WGL 2	26,19	43,13	16,94	29,76	27,23
AMD 2	44,48	83,99	39,51	65,51	64,3
SKL-WGL 2	37,6	51,9	14,3	43,23	42,34
SKL-AMD 2	44,44	83,04	38,6	60,6	61,40
WGL-AMD 2	39,37	54,87	15,5	45,63	45,18

Wśród próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien sztucznych najwyższą przeciętną wartość uzyskały próbki wzmocnione włóknami aramidowymi (AMD 1) osiągając 63,16 N, natomiast najniższą przeciętną wartość maksymalnej siły zginającej równą 34,01 N odnotowano w przypadku próbek wzmocnionych hybrydą szklano-węglową (SKL-WGL 1). W przypadku próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien najwyższą średnią wartość uzyskały próbki z obecnością włókien aramidowych (AMD 2) wynoszącą 65,51 N, natomiast najniższą średnią wartość badanego parametru uzyskały próbki wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien węglowych (WGL 2) osiągając 29,76 N (tabela II).

9.1.2. Strzałka ugięcia

Dla próbek w grupie kontrolnej (KONT) odnotowano minimalną wartość strzałki ugięcia na poziomie 0,52 mm, natomiast wartość maksymalna była nieznacznie wyższa i wynosiła 0,8 mm, a tym samym różnica między tymi wartościami równa była 0,28 mm. Średnia wartość badanego parametru dla grupy kontrolnej (KONT) uplasowała się na poziomie 0,64 mm i była najniższa spośród wszystkich badanych grup. Wśród próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien sztucznych najniższą średnią wartość strzałki ugięcia uzyskały próbki z obecnością włókien węglowych (WGL 1) wynoszącą 0,78 mm. Zbliżoną wartość średnią uzyskały próbki wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien węglowych (WGL 2) równą 0,79 mm. Wśród próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien najwyższą wartość średnią równą 2,08 mm osiągnęły próbki z obecnością hybrydy szklano-aramidowej (SKL-AMD 1), natomiast wśród próbek zbrojonych dwoma pojedynczymi pasmami włókien najwyższą wartość średnią wynoszącą 1,98 mm miały próbki wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien aramidowych (AMD 2), (tabela III).

Tabela III. Strzałka ugięcia dla poszczególnych grup z uwzględnieniem minimalnych i maksymalnych wartości, różnicy pomiędzy skrajnymi wartościami, średniej oraz mediany.

Próbki	Strzałka ugięcia [mm]				
	Wartość minimalna	Wartość maksymalna	Różnica	Wartość średnia	Mediana
KONT	0,52	0,8	0,28	0,64	0,65
SKL 1	0,62	1,86	1,24	1,30	1,39
WGL 1	0,6	0,96	0,36	0,78	0,82
AMD 1	0,49	2,33	1,84	1,89	2,01
SKL-WGL 1	0,58	1,1	0,52	0,82	0,83
SKL-AMD 1	1,62	2,54	0,92	2,08	2,06
WGL-AMD 1	0,49	1,74	1,25	1,1	1,01
SKL 2	1,29	2,37	1,08	1,83	1,83
WGL 2	0,6	1,14	0,54	0,79	0,75
AMD 2	1,51	2,55	1,04	1,98	1,97
SKL-WGL 2	0,63	2,28	1,65	1,06	0,92
SKL-AMD 2	1,51	2,13	0,62	1,82	1,83
WGL-AMD 2	0,65	1,81	1,16	1,16	1,13

9.1.3. Wytrzymałość na zginanie

Próbki grupy kontrolnej (KONT) uzyskały najniższą wartość średnią wynoszącą 82,96 MPa oraz najniższą medianę równą 83,90 MPa, ponadto wartość minimalna osiągnęła 73,79 MPa, natomiast wartość maksymalna 94,05 MPa. Różnica tych wartości wynosiła 20,26 MPa i była najniższa wśród wszystkich badanych grup. Dla próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien najwyższą wartość średnią równą 231,83 MPa osiągnęły próbki z obecnością włókien aramidowych (AMD 1), natomiast najniższą wartość średnią wynoszącą 127,94 MPa uzyskały próbki zbrojone hybrydą szklano – węglową (SKL-WGL 1). Wśród próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien najwyższą

wartość średnią wynoszącą 255,68 MPa odnotowano w przypadku próbek z obecnością włókien aramidowych (AMD 2), natomiast najniższą wartość średnią równą 111,61 MPa uzyskali próbki zbrojone włóknami węglowymi (WGL 2), (tabela IV).

Tabela IV. Wytrzymałość na zginanie dla poszczególnych grup z uwzględnieniem minimalnych i maksymalnych wartości, różnicy pomiędzy skrajnymi wartościami, średniej oraz mediany.

Próbki	Wytrzymałość na zginanie [MPa]				
	Wartość minimalna	Wartość maksymalna	Różnica	Wartość średnia	Mediana
KONT	73,79	94,05	20,26	82,96	83,90
SKL 1	81,87	236,44	154,57	176,70	187,21
WGL 1	117,67	169,53	51,86	140,69	141,85
AMD 1	111,66	300,16	188,5	231,83	236,87
SKL-WGL 1	94,19	161,13	66,94	127,94	127,53
SKL-AMD 1	150,42	264,76	114,34	201,47	203,78
WGL-AMD 1	107,67	161,88	54,21	137,36	132,41
SKL 2	131,94	246,24	114,3	180,99	176,86
WGL 2	95,46	161,75	66,29	111,61	102,09
AMD 2	166,82	360,28	193,46	255,68	241,11
SKL-WGL 2	141,02	194,61	53,59	162,11	158,79
SKL-AMD 2	166,65	311,39	144,74	227,27	230,24
WGL-AMD 2	147,65	205,74	58,09	171,11	169,41

9.1.4. Moduł Younga

Wartość minimalna badanego parametru w grupie kontrolnej (KONT) równa była 4,11 GPa, natomiast wartość maksymalna uplasowała się na poziomie 5,93 GPa, tym samym różnica wyniosła 1,82 GPa i była najmniejsza spośród

wszystkich badanych grup. Wartość średnią odnotowano na poziomie 4,81 GPa. Wśród próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien najniższą wartość średnią modułu Younga wynoszącą 6,95 GPa uzyskano w przypadku wzmocnienia hybrydą szklano – węglową (SKL-WGL 1), natomiast najwyższą wartość średnią równą 7,55 GPa miały próbki z obecnością włókien aramidowych (AMD 1). Wśród próbek zbrojonych dwoma pasmami włókien sztucznych najniższą wartość średnią równą 5,86 GPa odnotowano dla próbek wzmocnionych włóknami węglowymi (WGL 2), natomiast najwyższą wartość średnią wynoszącą 8,73 GPa uzyskały próbki z obecnością hybrydy szklano-aramidowej (SKL-WGL 2), (tabela V).

Tabela V. Moduł Younga dla poszczególnych grup z uwzględnieniem minimalnych i maksymalnych wartości, różnicy pomiędzy skrajnymi wartościami, średniej oraz mediany.

Próbki	Moduł Younga [GPa]				
	Wartość minimalna	Wartość maksymalna	Różnica	Wartość średnia	Mediana
KONT	4,11	5,93	1,82	4,81	4,74
SKL 1	4,85	9,12	4,27	7,15	7,35
WGL 1	5,86	8,40	2,54	6,98	6,72
AMD 1	5,74	8,58	2,84	7,55	7,62
SKL-WGL 1	5,9	8,57	2,67	6,95	6,46
SKL-AMD 1	5,43	8,16	2,73	6,98	7,18
WGL-AMD 1	4,56	10,34	5,78	7,35	7,13
SKL 2	7,26	9,56	2,3	8,33	8,15
WGL 2	3,92	7,65	3,73	5,86	5,73
AMD 2	7,27	9,99	2,72	8,52	8,64
SKL-WGL 2	6,56	10,04	3,48	8,73	8,81
SKL-AMD 2	6,09	8,79	2,7	7,67	7,40
WGL-AMD 2	6,85	9,66	2,81	8,24	8,27

9.2. Wyniki obserwacji zmian strukturalnych

9.2.1. Wyniki obserwacji przy zastosowaniu mikroskopu cyfrowego

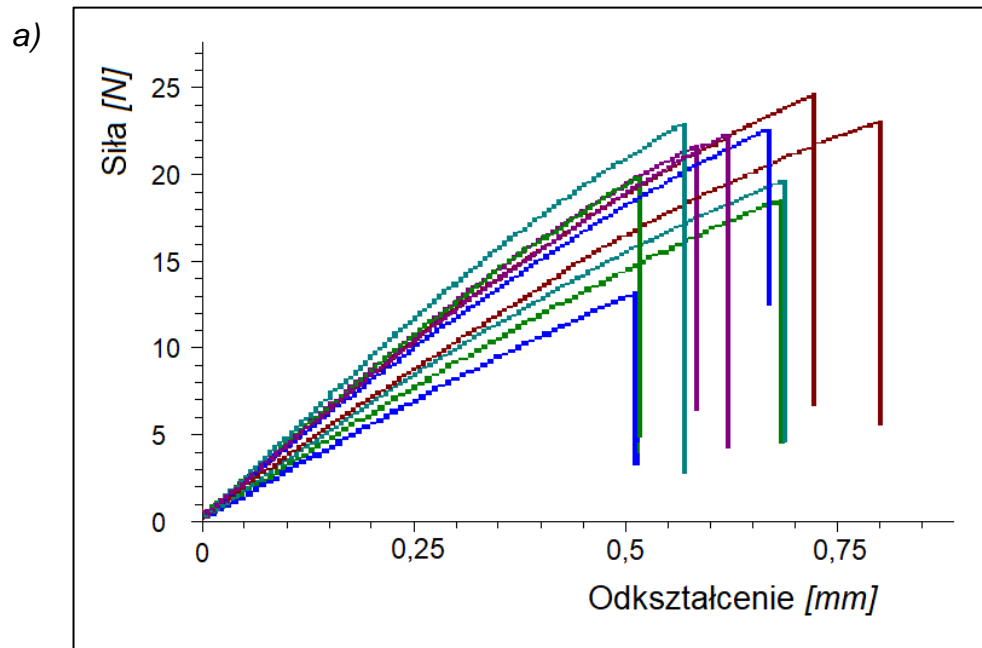
Przebieg testu na zginanie w trójpunktowym układzie obciążenia rejestrowany był w postaci danych liczbowych, na podstawie których powstały wykresy graficznie obrazujące zależność między przyłożoną siłą a odkształceniem dla każdej próbki. Analiza przebiegu wykresów z jednoczesną obserwacją procesu zginania trójpunktowego w badanych grupach pozwoliła na szczegółową analizę porównawczą wpływu przyłożonej siły na mechanizm niszczenia próbek. Po zakończeniu badań wytrzymałościowych uzupełnieniem analiz krzywych siły w funkcji odkształcenia były obserwacje przełomów próbek w mikroskopie cyfrowym. Dane na wykresach porównano z obrazami mikroskopowymi.

Podczas obciążania próbek z grupy kontrolnej (KONT), które nie posiadały żadnego wzmocnienia zaobserwowano jeden pik na wykresie, który odpowiadał sile maksymalnej. Po osiągnięciu siły maksymalnej następowało natychmiastowe złamanie próbki, co na wykresach zostało zaznaczone pionowymi kreskami (ryc. 11a). Przełom próbek obserwowany w mikroskopie cyfrowym był pojedynczy, nierówny oraz chropowaty (ryc. 11b). Uzyskane wykresy oraz obrazy mikroskopowe dla próbek w grupie kontrolnej (KONT) są charakterystyczne dla tworzyw kruchych.

W badaniach przeprowadzonych dla próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien wszystkie wykresy w funkcji odkształcenia oraz obrazy mikroskopowe przełomów były odmienne w porównaniu do grupy kontrolnej (KONT). Zestawienie uzyskanych wyników przedstawiono na rycinach 12 – 17. Analizując przebiegi krzywych siła/odkształcenie należy zauważyć trzy charakterystyczne etapy. Pierwszy z nich to wzrost wartości siły, aż do osiągnięcia wartości maksymalnej. Etap ten charakteryzuje się obecnością kilku drobnych pików. Najważniejsze jest pojawienie się pierwszego pików, który zmienia kąt nachylenia krzywej. Punkt przegięcia krzywej, stanowi wartość pęknięcia pierwszej warstwy – stan FPF (ang. *First Path Failure*). Poddając analizie wszystkie wykresy nałożone na siebie, stwierdzono że stan FPF w próbkach wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien występuje w przedziale

wartości około 45 – 70% siły maksymalnej. Po osiągnięciu siły maksymalnej (II etap przebiegu krzywej) następowało nagłe załamanie krzywej, co kończyło rejestrowanie danych na wykresie i było jednoznaczne z zakończeniem badania z powodu zniszczenia próbki. Wśród grup wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien, wykresy próbek, które posiadały włókna węglowe (WGL 1, SKL-WGL 1, WGL-AMD 1) różniły się od pozostałych (SKL 1, AMD 1, SKL-AMD 1) szybkim przyrostem siły przy małym odkształceniu (ryc. 13a, 15a, 17a). Krzywe siła/odkształcenie uzyskane w wyniku zginania trójpunktowego wykazały cechy typowe dla tworzyw wzmocnionych bez granicy plastyczności.

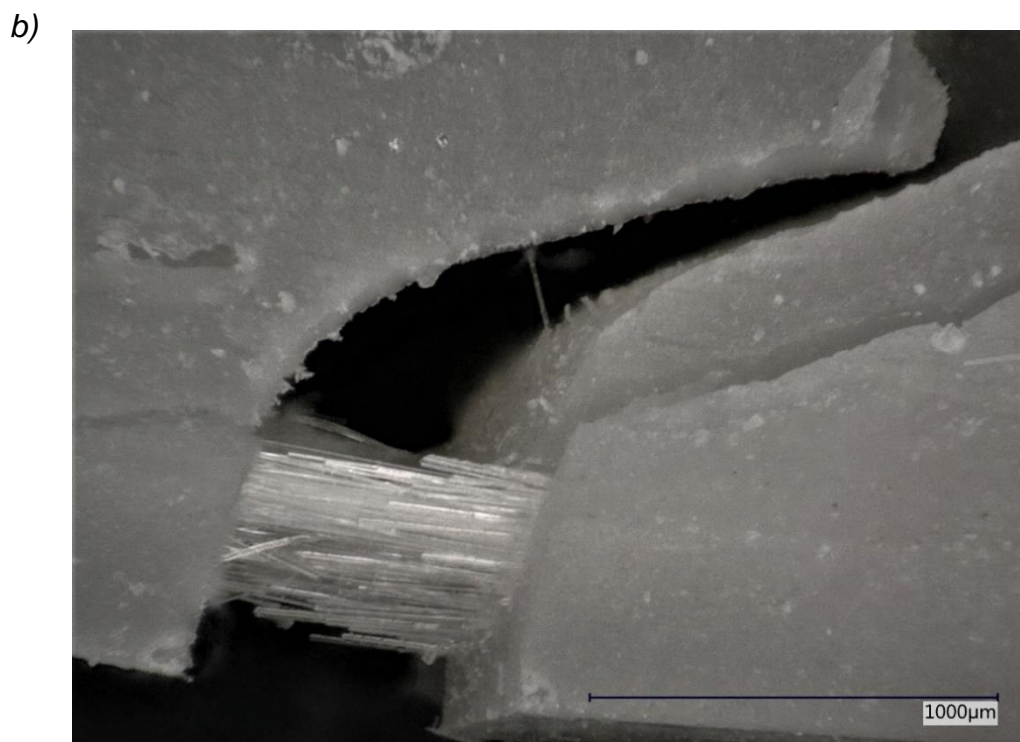
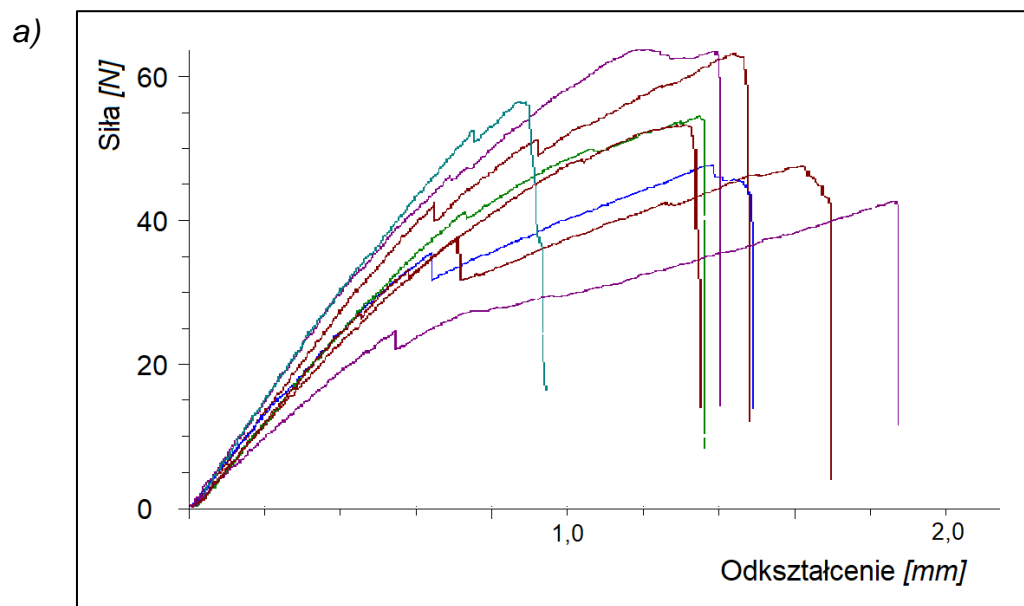
Obserwacje próbek podczas przeprowadzania testu w maszynie wytrzymałościowej, a następnie obserwacje zniszczonych próbek w mikroskopie cyfrowym potwierdziły, iż obecność pierwszego piksu odpowiada stanowi FPF, a kolejne piksy zarejestrowane na wykresie podczas narastania generowanej siły odpowiadają niszczeniu włókien stanowiących wzmocnienie próbki. Po osiągnięciu siły maksymalnej następował nagły spadek wartości siły, co odpowiadało największym degradacjom powstałym na granicy włókna-osnowa kompozytowa. Niedługo potem dochodziło do złamania próbki, co było równoznaczne z zakończeniem badania. We wszystkich próbkach wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien szczeliny złamań próbek były pojedyncze, nierówne oraz z widocznymi włóknami stanowiącymi fazę wzmacniającą. W wyniku zginania trójpunktowego wszystkie próbki rozpadały się na dwie części i połączone były ze sobą pojedynczymi włóknami, które nie uległy zerwaniu (ryc. 12b, 13b, 14b, 15b, 16b, 17b).



Ryc. 11. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy KONT:

a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,

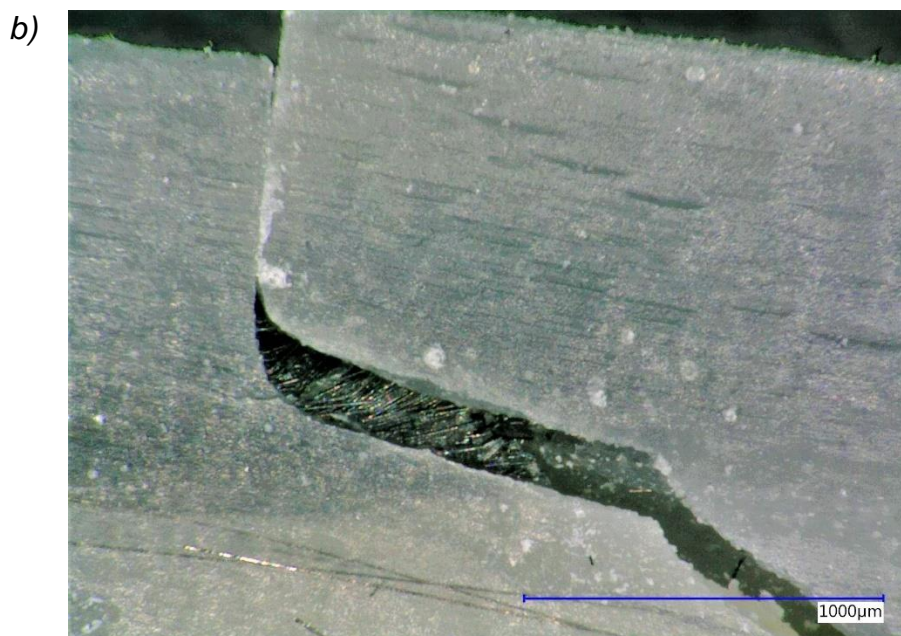
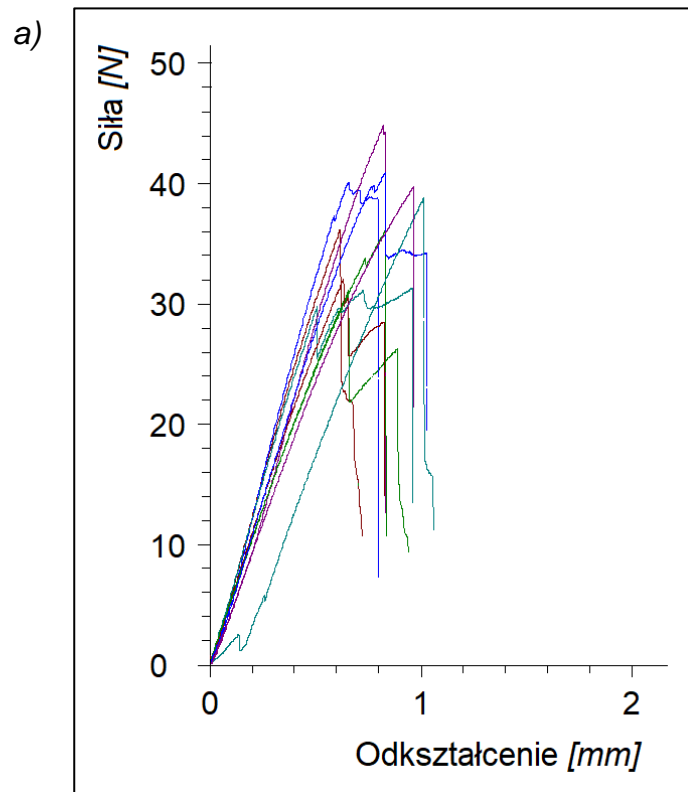
b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



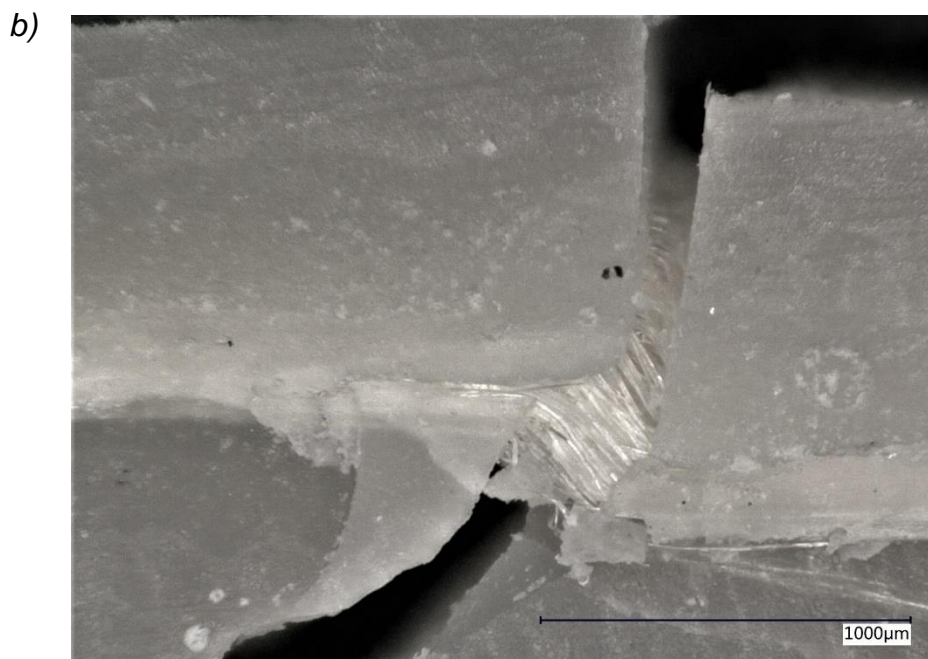
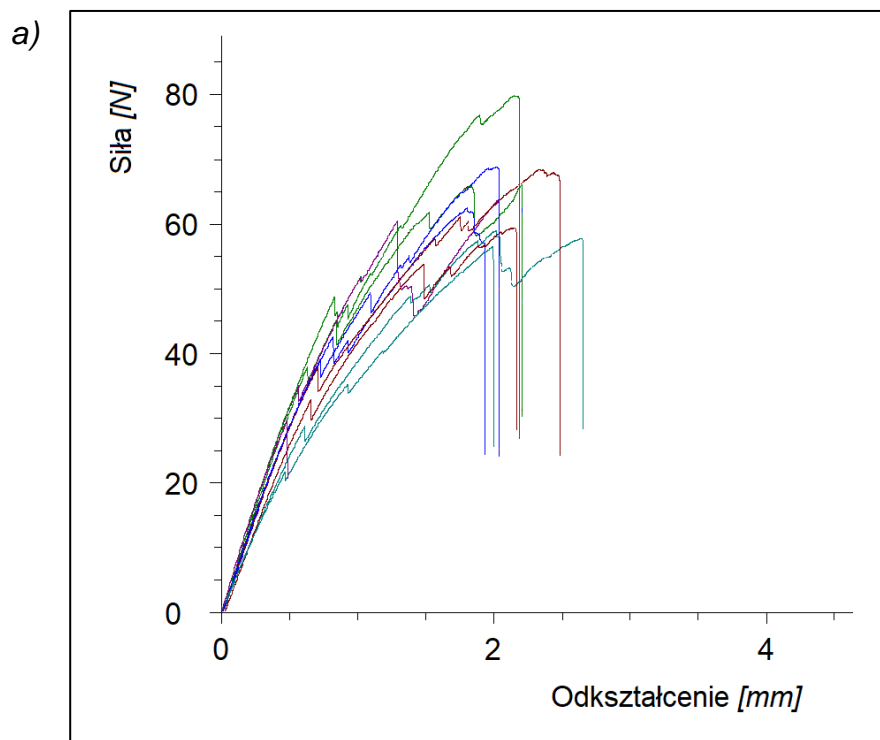
Ryc. 12. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL 1:

a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,

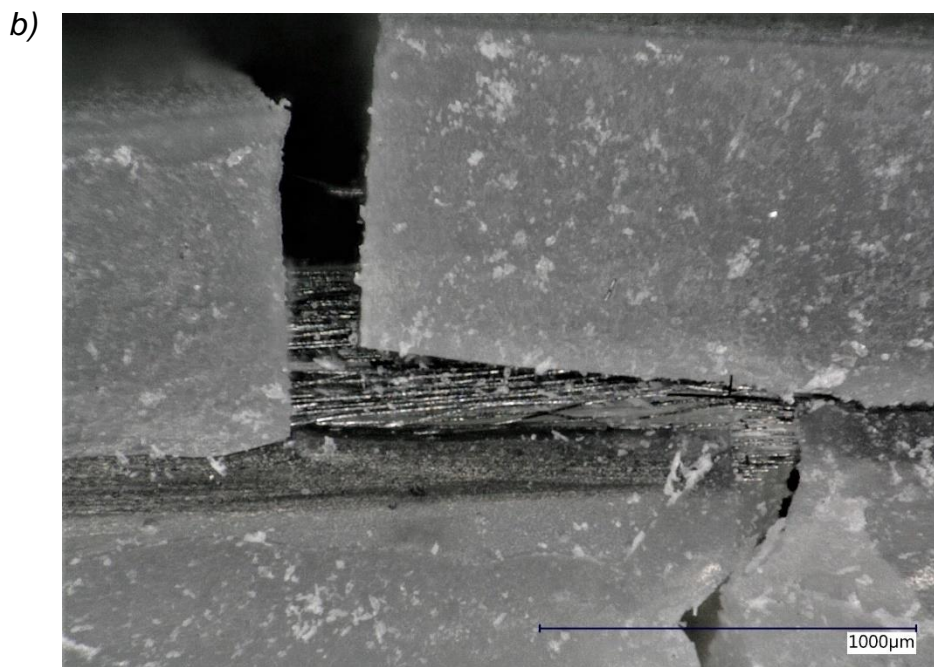
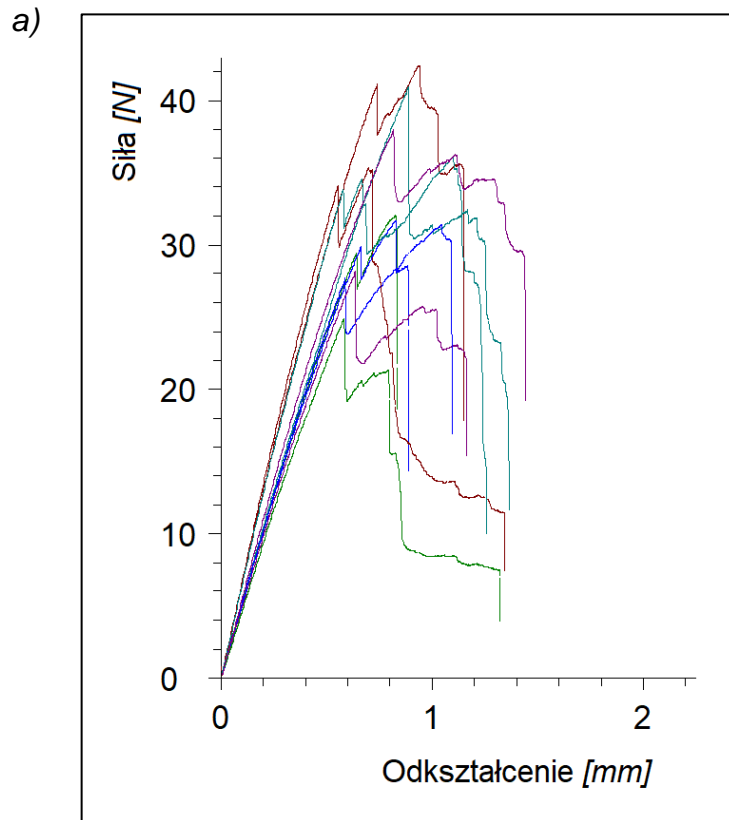
b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



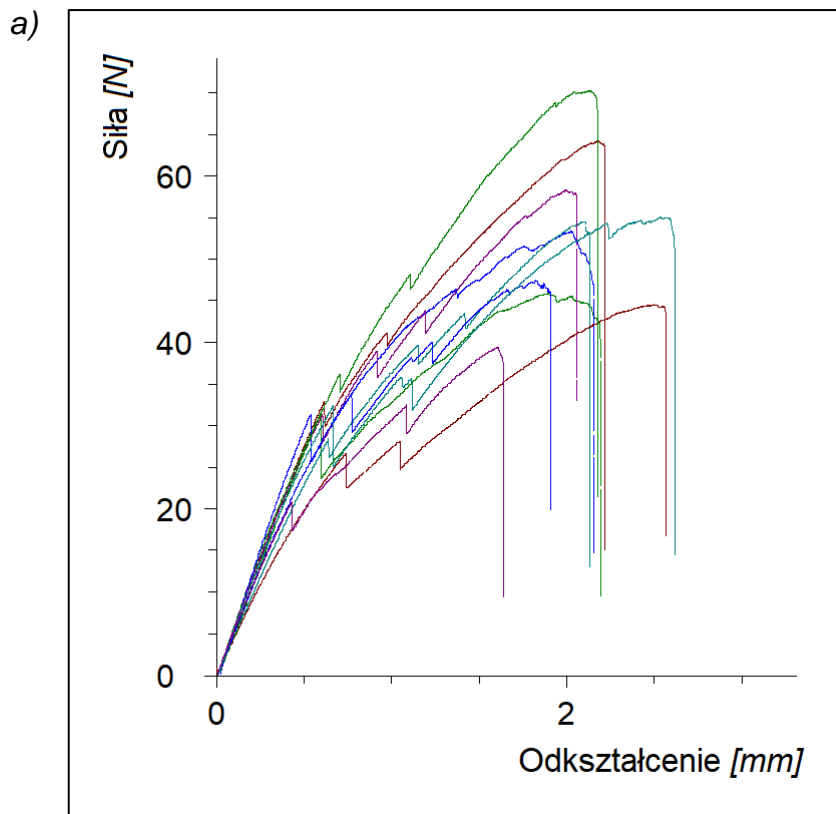
Ryc. 13. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy WGL 1:
 a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,
 b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



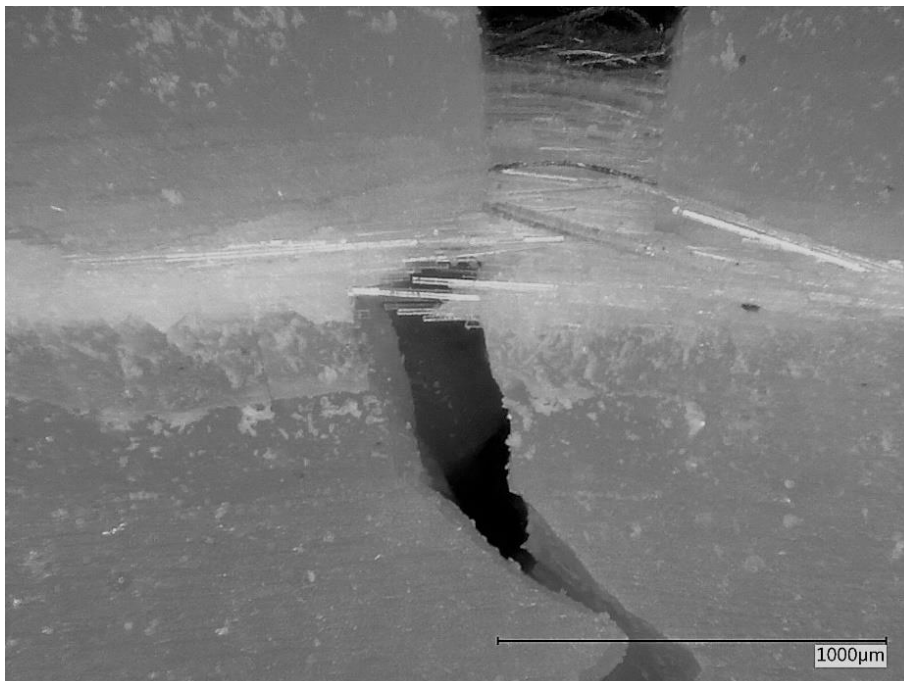
Ryc. 14. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy AMD 1:
 a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,
 b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



Ryc. 15. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL-WGL 1:
 a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,
 b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



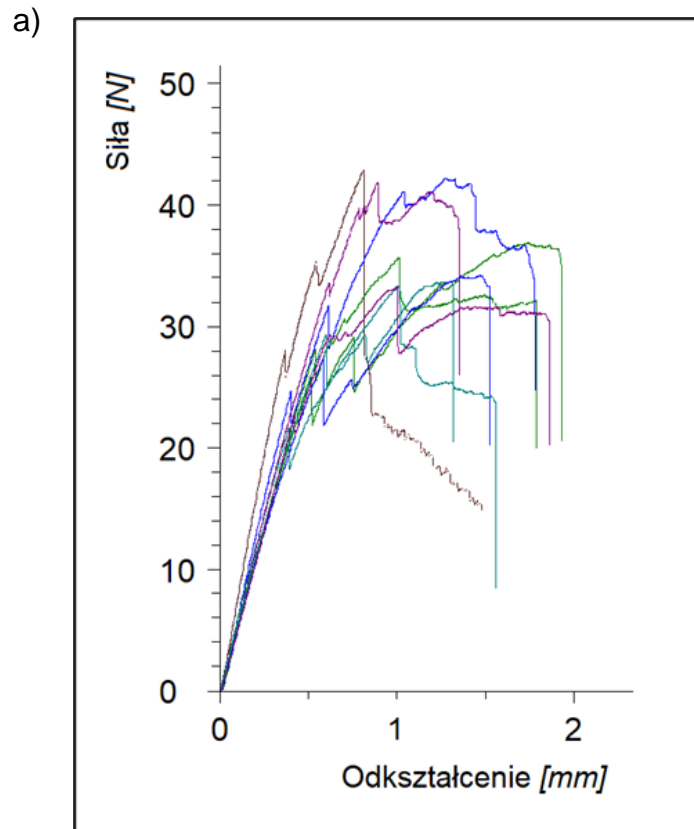
b)



Ryc. 16. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL-AMD 1:

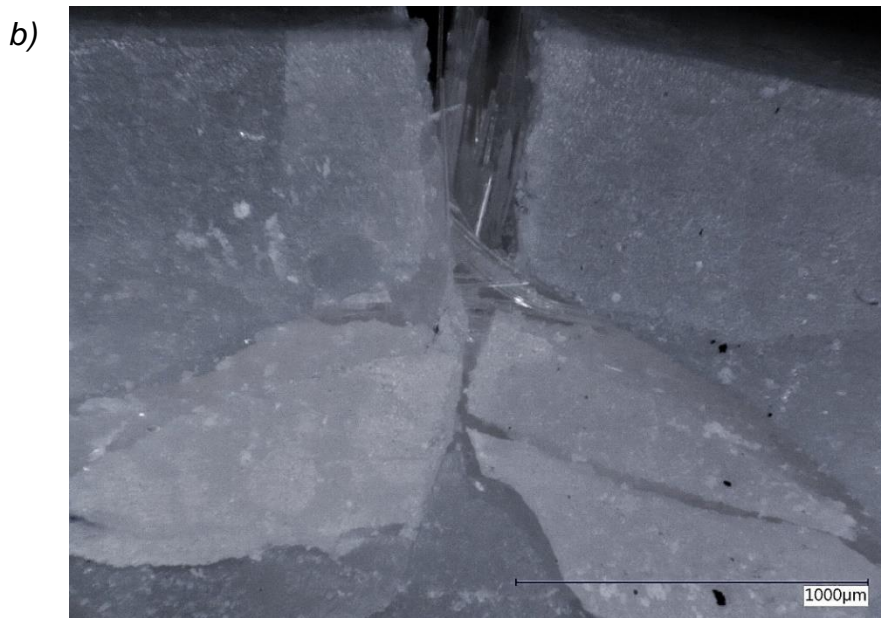
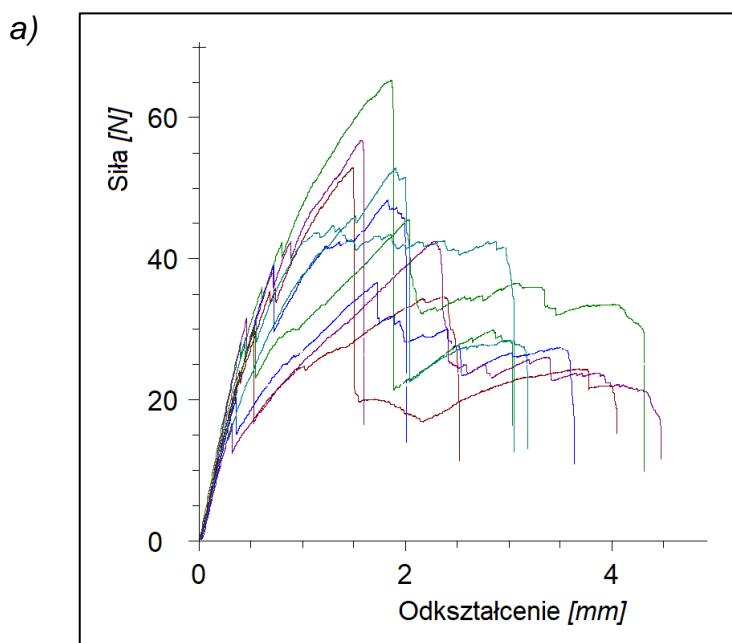
a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,

b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



Ryc. 17. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy WGL-AMD 1:
 a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,
 b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.

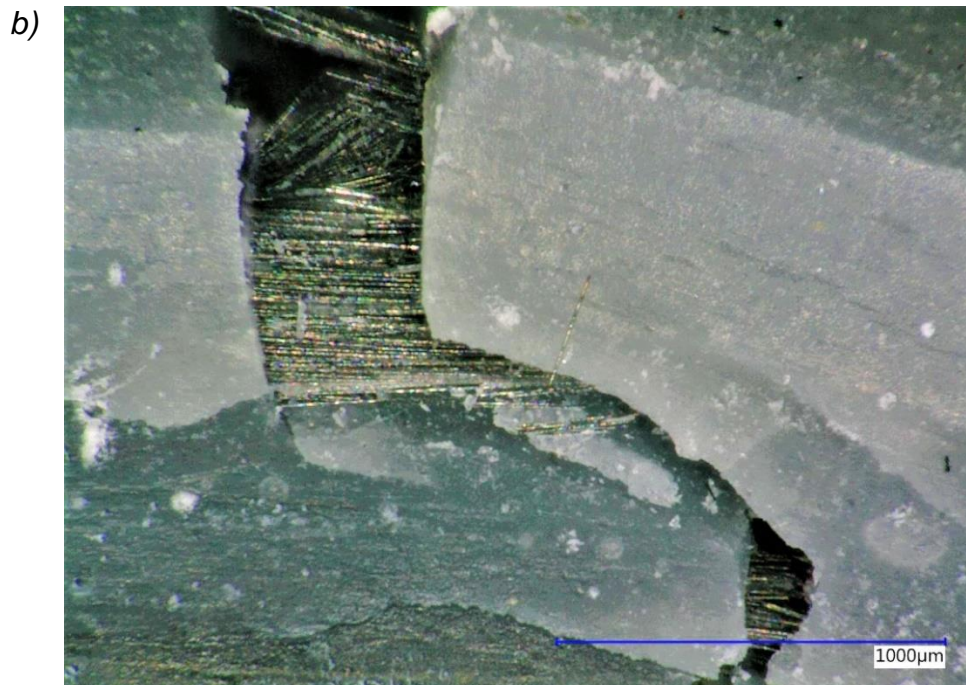
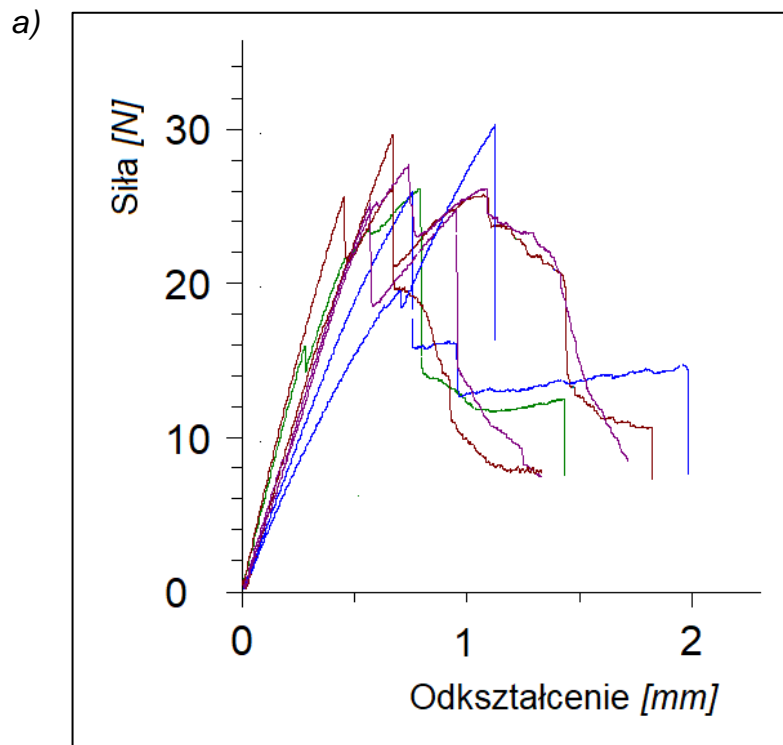
W przypadku zginania trójpunktowego próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien zarówno wykresy siły w funkcji odkształcenia oraz obrazy w mikroskopie cyfrowym były odmienne w stosunku do grupy kontrolnej, ale wykazywały wiele analogii do wyników dla próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien. Zestawienie uzyskanych rezultatów przedstawiono na rycinach 18 – 23.



Ryc. 18. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL 2:

a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,

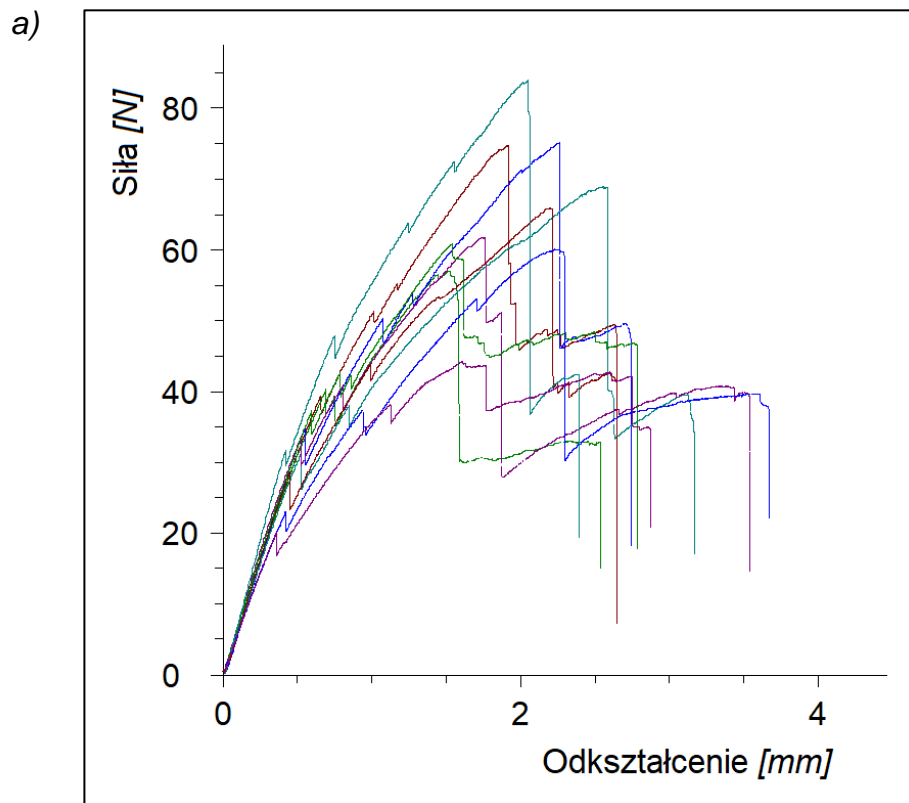
b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



Ryc. 19. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy WGL 2:

a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,

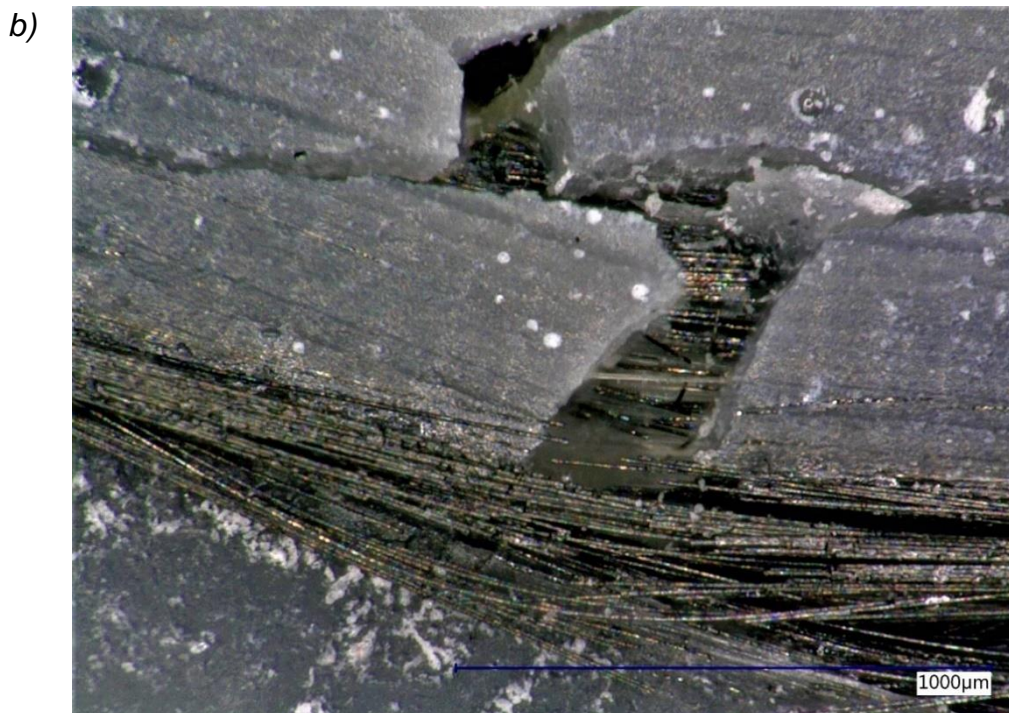
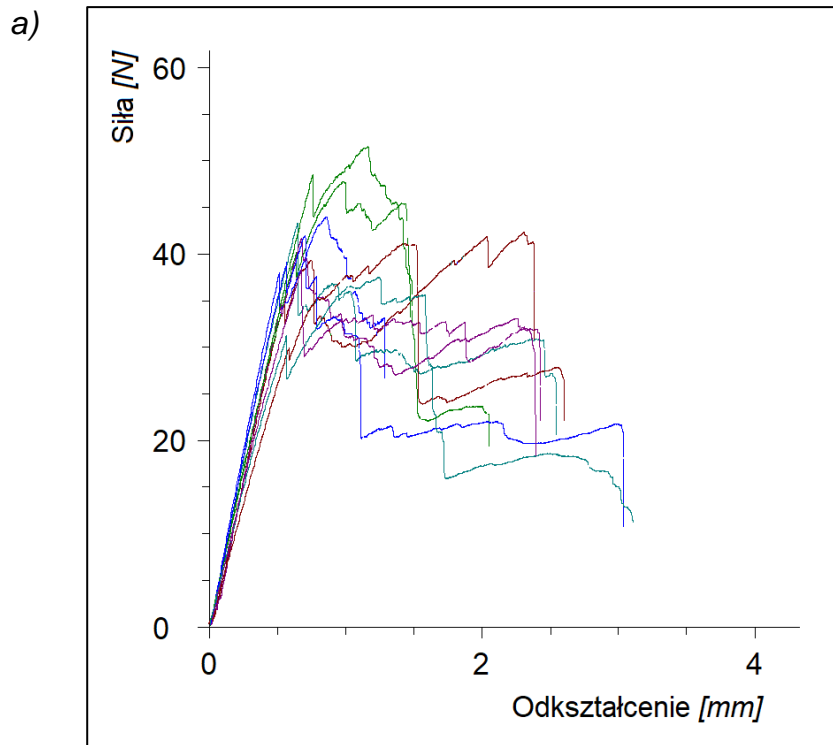
b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



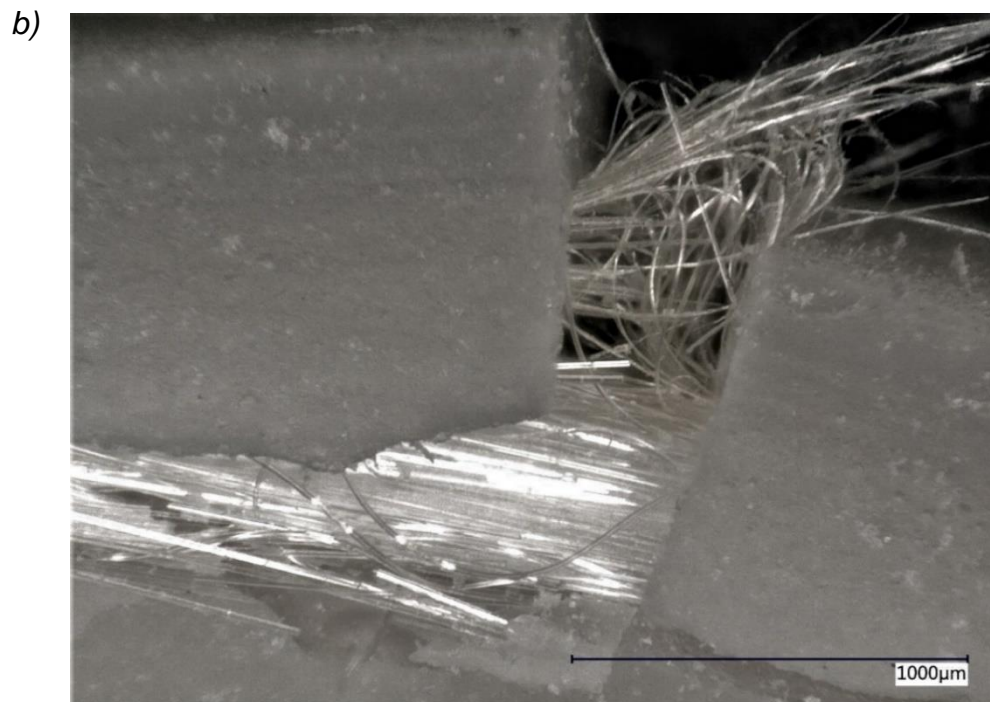
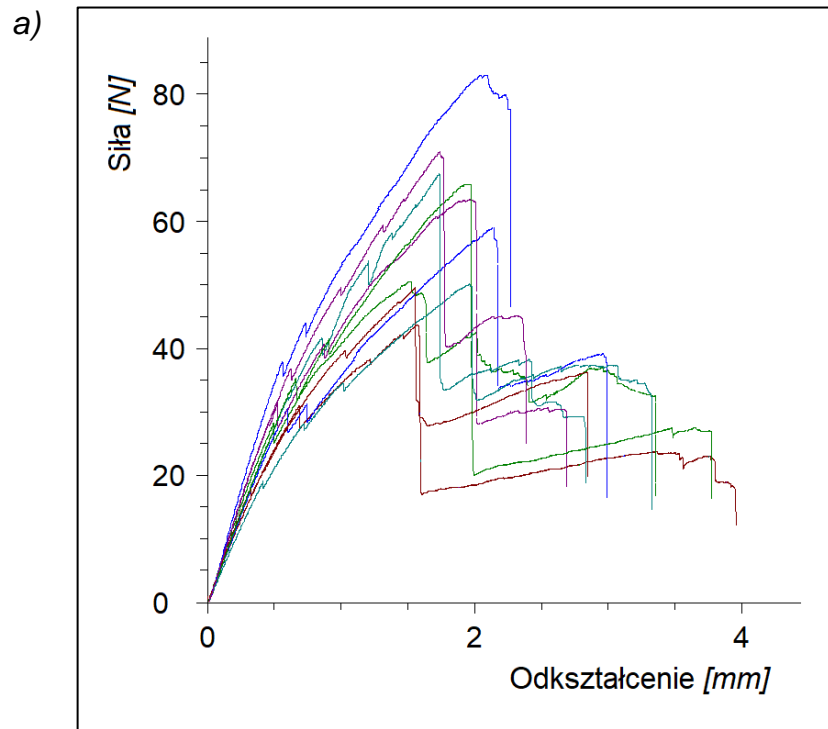
Ryc. 20. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy AMD 2:

a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,

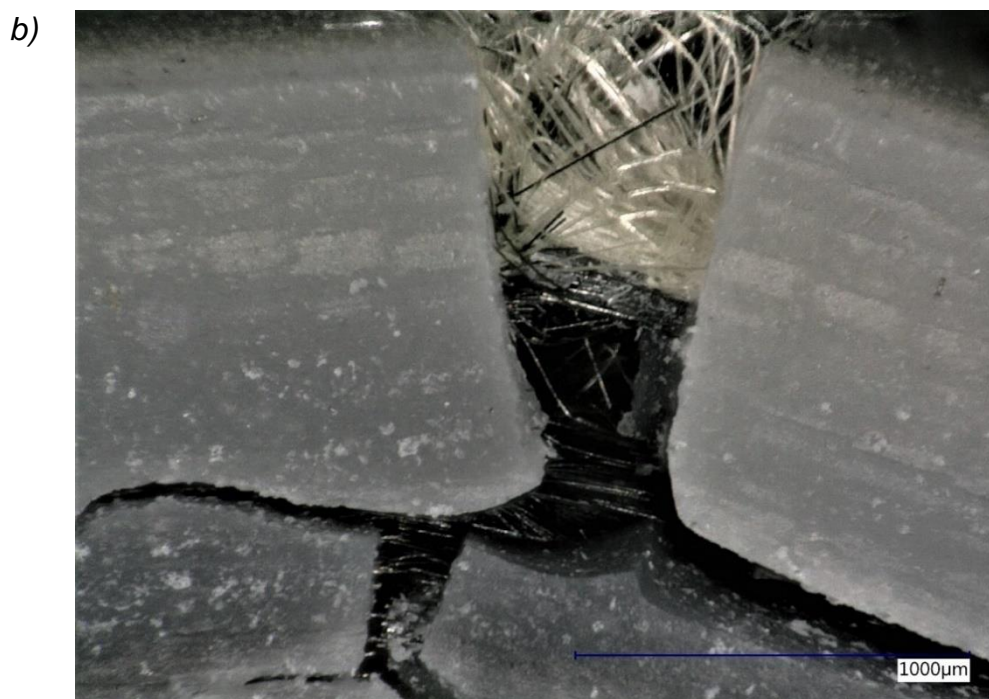
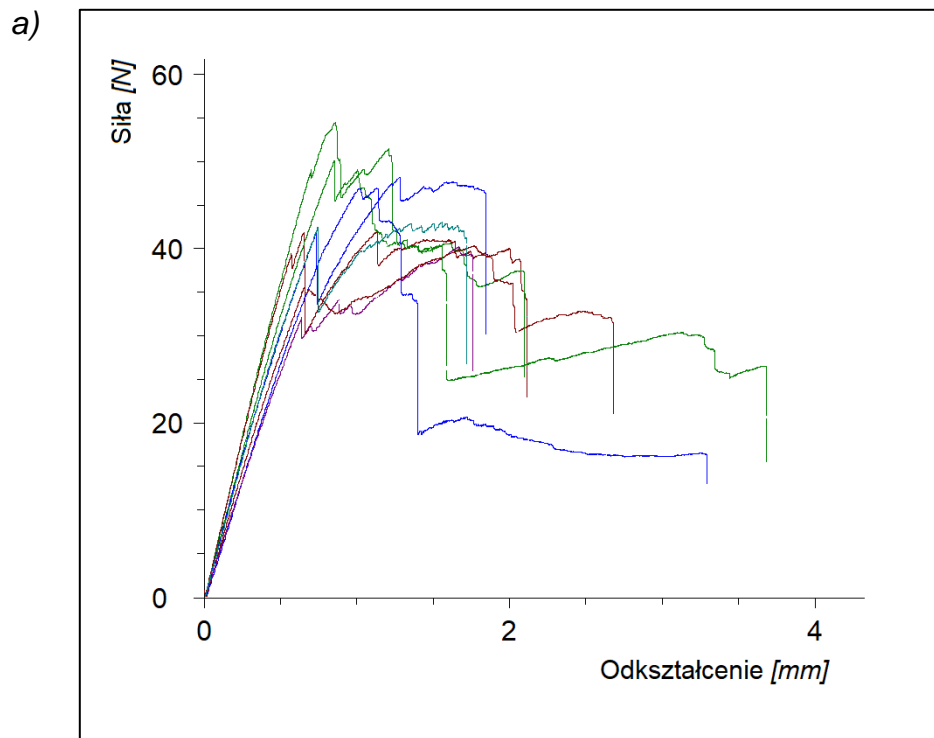
b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



Ryc. 21. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL-WGL 2:
 a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,
 b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



Ryc. 22. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL-AMD 2:
 a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,
 b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.



Ryc. 23. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy WGL-AMD 2:

a) wykresy siły w funkcji odkształcenia,

b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.

Analizując przebiegi krzywych siła/odkształcenie należy zauważyć cztery charakterystyczne etapy. Etap pierwszy to wzrost wartości siły, aż do osiągnięcia wartości maksymalnej. Początkowo krzywa na wykresie zachowywała się analogicznie jak podczas zginania trójpunktowego próbek z obecnością jednego pojedynczego pasma włókien. Pierwszy pik oznaczający stan FPF mieścił się w przedziale wartości około 40 – 70% siły maksymalnej. Drugi etap to osiągnięcie siły maksymalnej, po którym natychmiast następował etap trzeci charakteryzujący się nagłym spadkiem krzywej spowodowany zniszczeniem pierwszej wiązki włókien oraz warstwy kompozytu pomiędzy wiązkami. W czwartym etapie krzywa na wykresie oscylowała oraz ponownie gwałtownie spadała, co kończyło rejestrację graficzną na wykresie i było równoznaczne z zakończeniem badania. Czwarty etap odpowiadał zrywaniu pojedynczych włókien drugiej wiązki umieszczonej pośrodkowo w próbce. Krzywe siła/odkształcenie uzyskane w wyniku zginania trójpunktowego próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien wykazały cechy typowe dla tworzyw wzmocnionych bez granicy plastyczności (ryc. 18a, 19a, 20a, 21a, 22a, 23a), podobnie jak dla próbek z obecnością jednego pojedynczego pasma włókien.

Obrazy uzyskane podczas obserwacji w mikroskopie cyfrowym pozwoliły na szczegółową analizę szczelin złamań próbek z obecnością dwóch pojedynczych pasm włókien. Wszystkie obrazy w mikroskopie zniszczonych próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien były bardzo podobne. Wspólną cechą charakterystyczną było wieloodłamowe złamanie próbek z nieregularną szczeliną złamania rozchodzącą się w różnych kierunkach. W szczelinach złamania widoczne były zniszczone włókna, które w większości przypadków utrzymywały odłamy i zapobiegały ich całkowitemu rozpadowi na fragmenty (ryc. 18b, 19b, 20b, 21b, 22b, 23b).

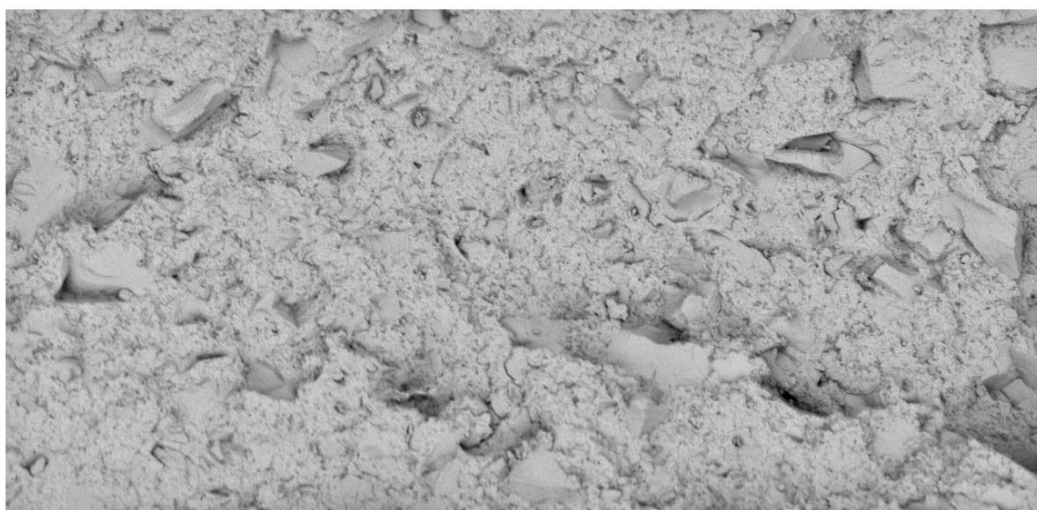
9.2.2. Wyniki obserwacji w SEM

Na podstawie przeprowadzonych badań uzyskano łącznie 1300 obrazów mikroskopowych w SEM, po 10 obrazów dla każdej próbki (5 obrazów przełomu oraz 5 obrazów zglądu) we wszystkich badanych grupach.

W grupie KONT obrazy mikroskopowe wykazały, iż powierzchnia przełomu jest szorstka, chropowata i nierówna. Uzyskane obrazy potwierdzają mechanizm niszczenia poprzez kruche pękanie (ryc. 24a). W żadnej z próbek

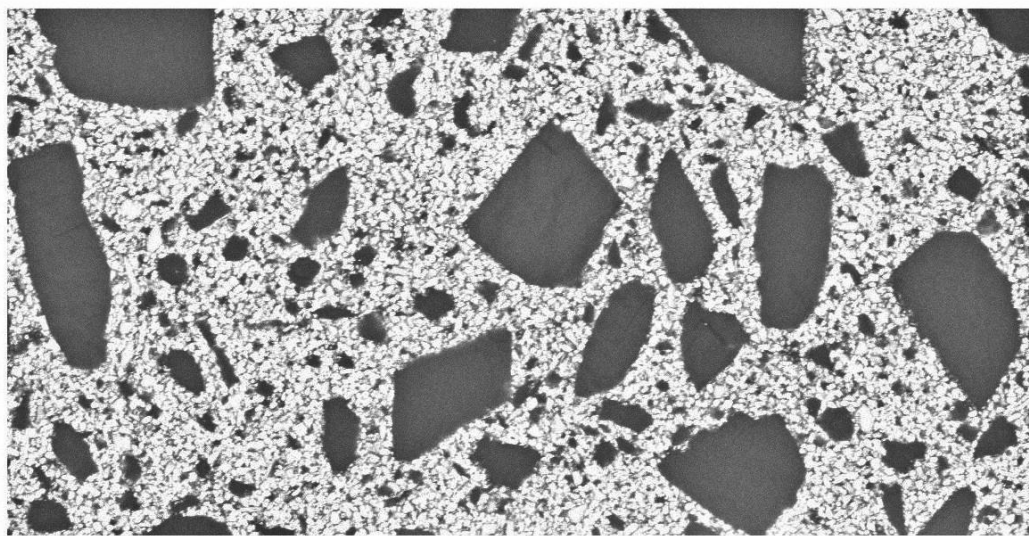
nie zaobserwowano innych rodzajów degradacji. Na ryc. 24b widoczna jest matryca organiczna otaczająca rozproszone cząsteczki wypełniacza nieorganicznego.

a)



×400; 200µm

b)



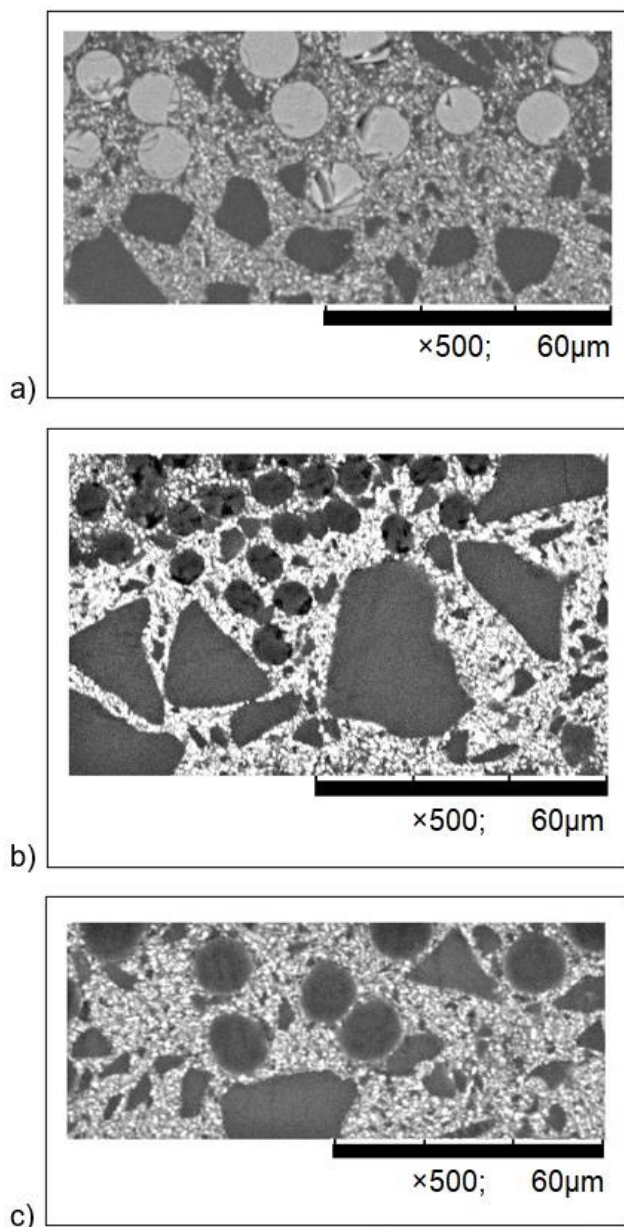
×1000; 100 µm

Ryc. 24. Obrazy mikroskopowe próbek grupy KONT:

a) nierówna powierzchnia przełomu z widocznymi cząsteczkami wypełniacza, powiększenie 400-krotne,

b) zgląd próbki przedstawiający matrycę z rozproszonymi cząsteczkami wypełniacza, powiększenie 1000-krotne.

Na rycinie 25 widoczne są zglądy próbek wzmocnionych włóknami szklanymi, węglowymi oraz aramidowymi przedstawiające prawidłowe połączenie włókien z kompozytem. Należy zwrócić uwagę na okrągłe lub owalne zarysy przekrojów wszystkich rodzajów włókien oraz ich całkowite zatopienie w kompozycie.

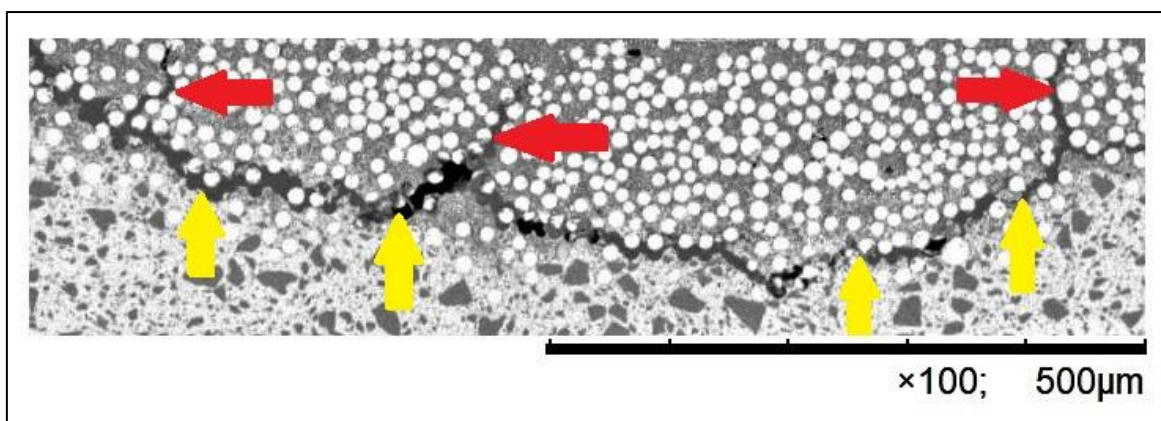


Ryc. 25. Obrazy mikroskopowe próbek grupy badanej:

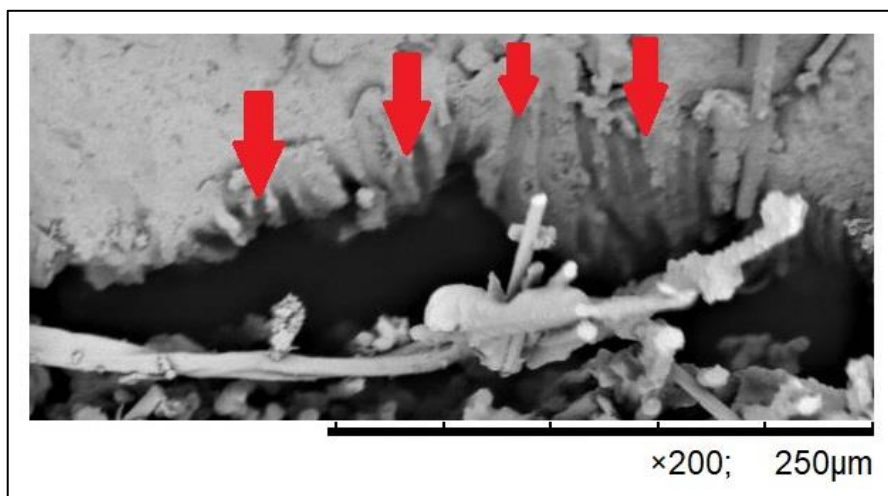
- a) zgląd próbki przedstawiający prawidłowe połączenie włókien szklanych z kompozytem, powiększenie 500-krotne,
- b) zgląd próbki przedstawiający prawidłowe połączenie włókien węglowych z kompozytem, powiększenie 500-krotne,
- c) zgląd próbki przedstawiający prawidłowe połączenie włókien aramidowych z kompozytem, powiększenie 500-krotne.

Obserwacje w SEM próbek z obecnością włókien jako fazy wzmacniającej wykazały wiele zjawisk nieobserwowanych w próbkach grupy KONT. Zarówno w próbkach wzmocnionych jednym pojedynczym, jak i dwoma pojedynczymi wiązkami włókien zaobserwowano wiele podobieństw. Widoczne były degradacje, takie jak: pęknięcia warstwy granicznej włókno-kompozyt (tzw. debonding), pęknięcia osnowy kompozytowej, delaminacje oraz zniszczenia włókien. Degradacje miały charakter zarówno lokalny, jak i zajmowały duży obszar obejmujący wiele warstw lub całą próbkę. Bardzo często obserwowano różne rodzaje degradacji w jednej próbce.

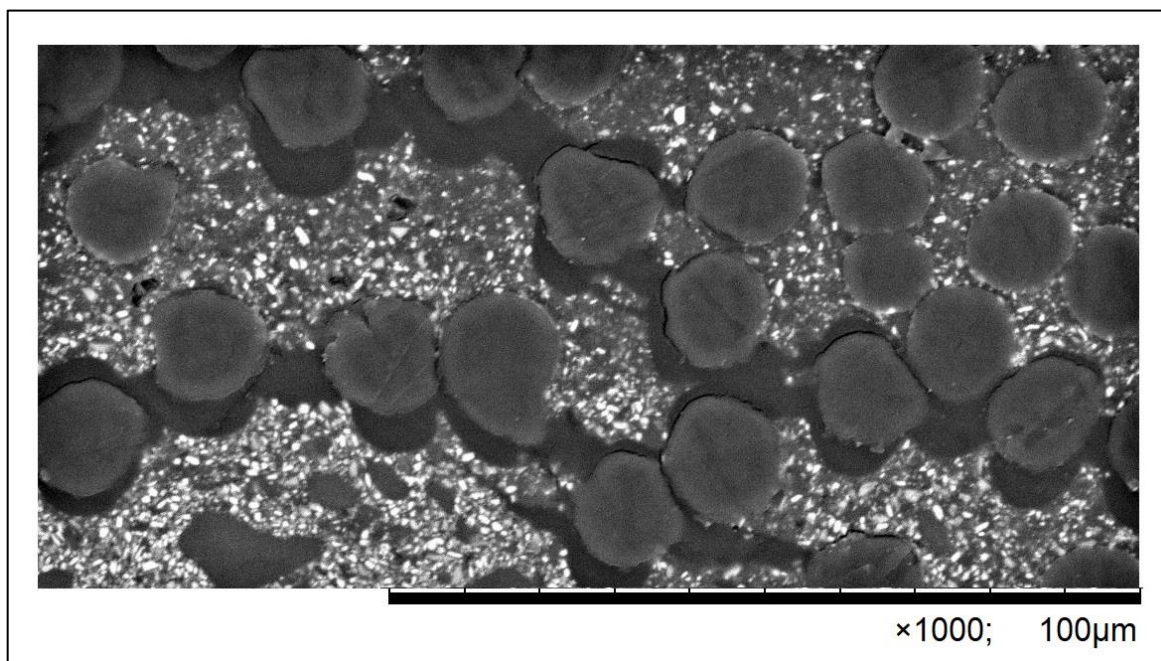
Najczęściej, bo w około 90% próbek grupy badanej obserwowano zjawisko debondingu, czyli pęknięcia warstwy granicznej włókno-kompozyt. Tego typu uszkodzenia w postaci pęknięć zapoczątkowane były kumulacją rozproszonych mikropęknięć i wystąpiły w strefie granicznej włókno-kompozyt oraz w niektórych przypadkach również wewnątrz warstwy włókien. Pojawienie się pęknięć na granicy włókno-kompozyt oraz pomiędzy włóknami spowodowane było utratą adhezji. Zjawisko debondingu obrazują ryciny 26 – 29.



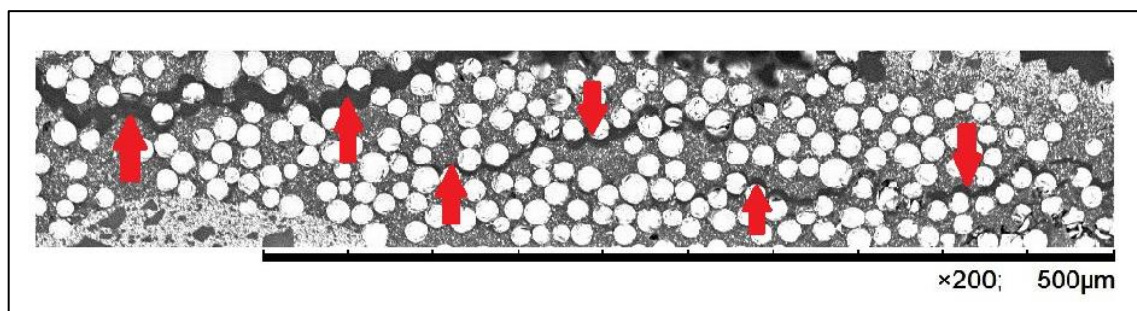
Ryc. 26. Obraz mikroskopowy próbki grupy SKL 1 przedstawiający zjawisko debondingu. Żółtymi strzałkami zaznaczono pęknięcie warstwy granicznej włókno-kompozyt, czerwonymi strzałkami zaznaczono pęknięcia wewnątrz warstwy włókien szklanych, powiększenie 100-krotne.



Ryc. 27. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy WGL 1 przedstawiający zjawisko debondingu. Czerwonymi strzałkami zaznaczono miejsca po włóknach węglowych oderwanych od kompozytu, powiększenie 200-krotne.

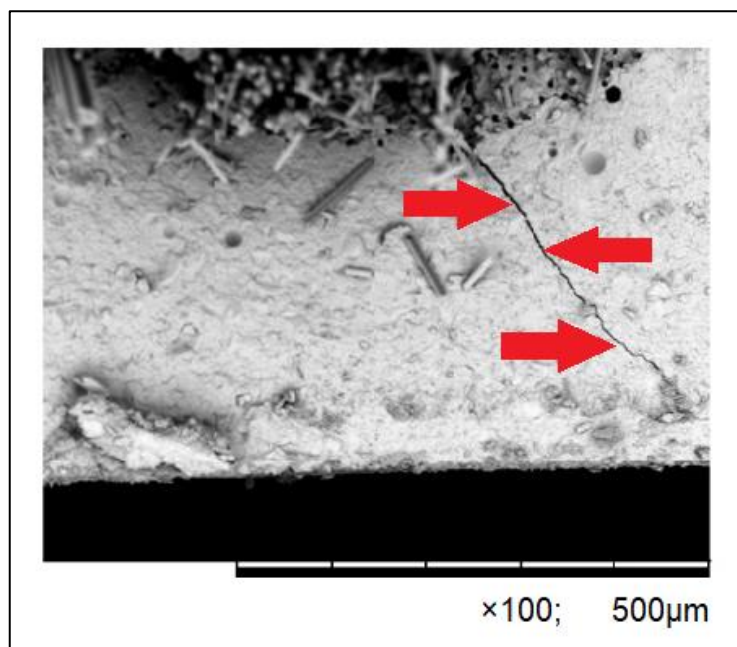


Ryc. 28. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy AMD 2 przedstawiający zjawisko debondingu wewnątrz warstwy włókien aramidowych, powiększenie 1000-krotne.

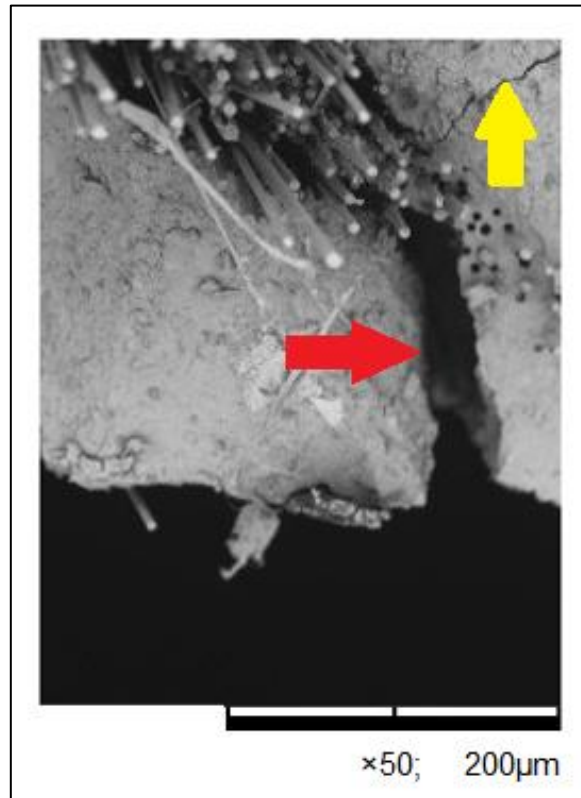


Ryc. 29. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy SKL 2 przedstawiający zjawisko debondingu. Czerwonymi strzałkami zaznaczono pęknięcia wewnątrz warstwy włókien szklanych, powiększenie 200-krotne.

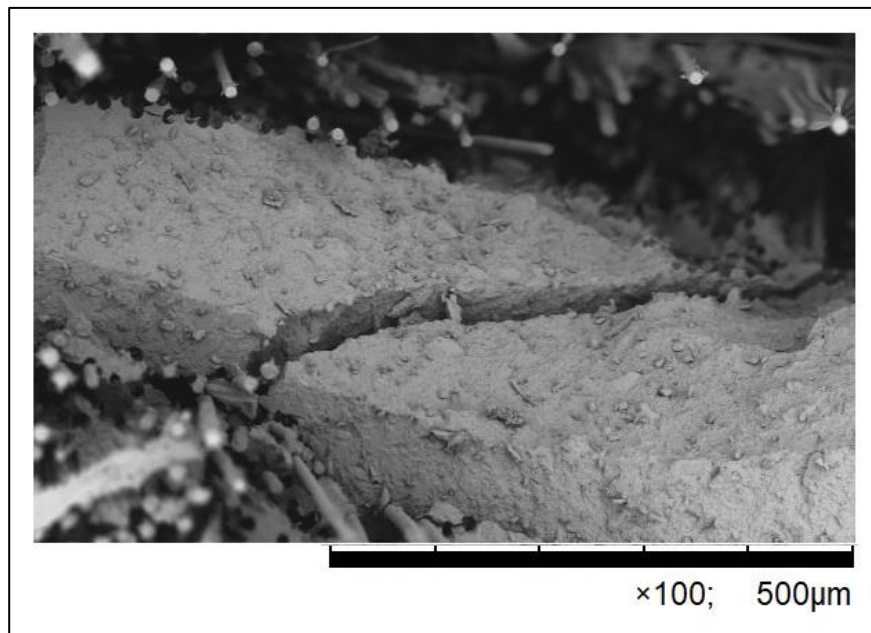
Dokładna analiza próbek wykazała, iż bardzo często dochodziło do pęknięć poprzecznych poszczególnych warstw próbek wzmacnianych włóknami. Pęknięcia warstw powstawały w wyniku łączenia się debondingu z mikropęknięciami kompozytu i widoczne były zarówno w warstwie kompozytu jak i w warstwie włókien łącząc się ze sobą. Dodatkowo w większości próbek widoczne było pęknięcie pierwszej warstwy (FPF), które inicjowało proces degradacji próbki. Zjawisko pęknięcia pierwszej warstwy oraz pęknięcie warstwy kompozytu pomiędzy dwiema warstwami włókien oraz przedstawiono na rycinach 30 – 33.



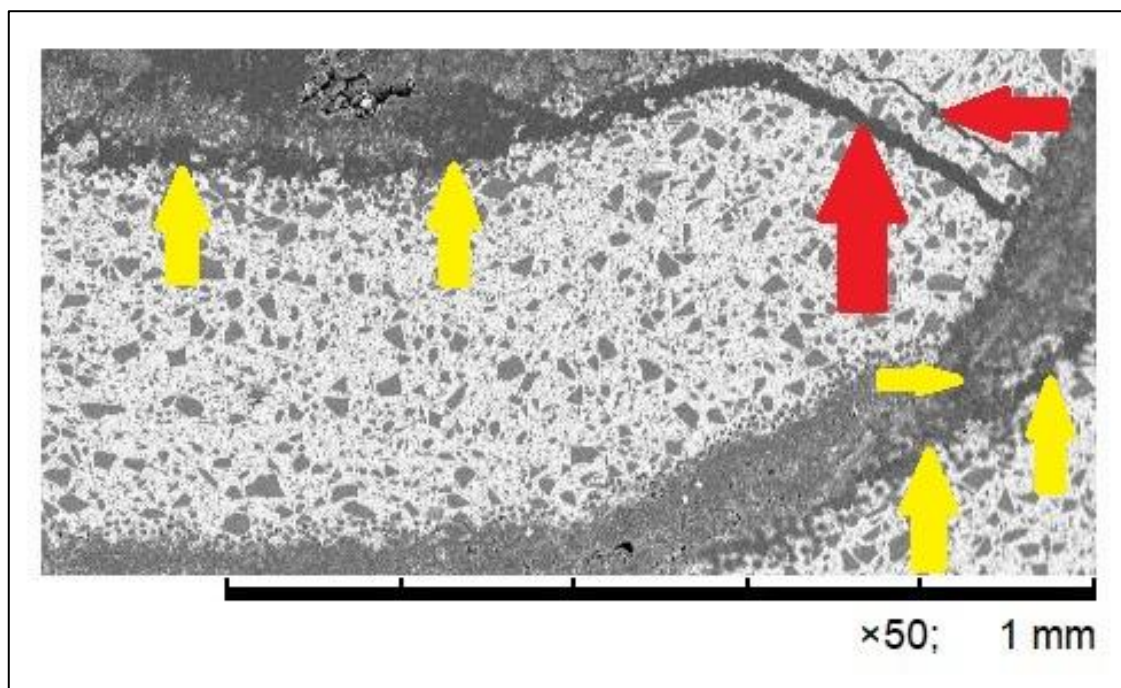
Ryc. 30. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy WGL-AMD 1 przedstawiający zjawisko pęknięcia pierwszej warstwy (FPF). Czerwonymi strzałkami zaznaczono pęknięcie warstwy kompozytu niedochodzące do brzegu próbki, powiększenie 100-krotne.



Ryc. 31. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL-WGL 1 przedstawiający zjawisko pęknięcia warstwy. Czerwoną strzałką zaznaczono pęknięcie pierwszej warstwy kompozytu dochodzące do brzegu próbki. Żółtą strzałką zaznaczono pęknięcie drugiej warstwy kompozytu, powiększenie 50-krotne.

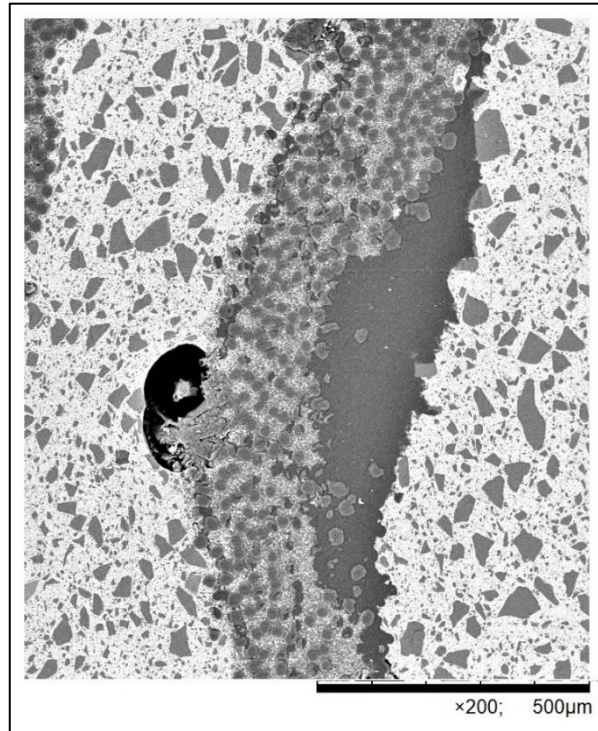


Ryc. 32. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL-WGL 2 przedstawiający zjawisko pęknięcia warstwy kompozytu pomiędzy dwiema warstwami włókien, powiększenie 100-krotne.

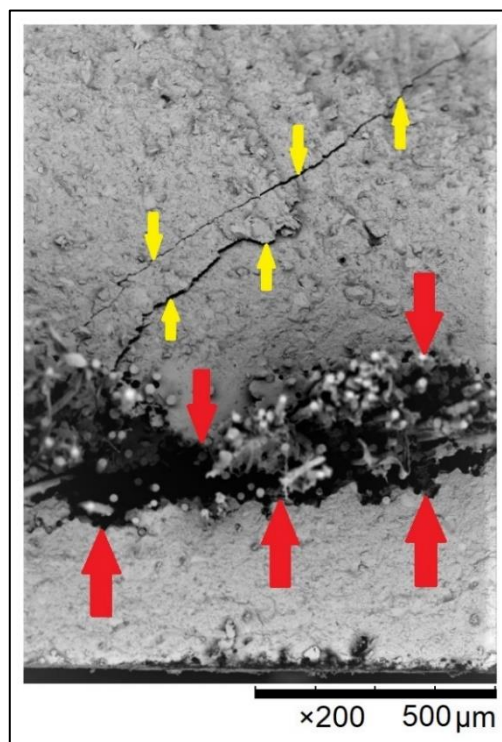


Ryc. 33. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy WGL-AMD 2 przedstawiający zjawisko pęknięcia kilku warstw. Czerwonymi strzałkami zaznaczono pęknięcia kompozytu pomiędzy warstwami włókien. Żółtymi strzałkami zaznaczono pęknięcia na granicy między włóknami oraz na granicy włókno-kompozyt, powiększenie 50-krotne.

Kolejnym rodzajem uszkodzenia obserwowanym w próbkach wzmocnionych włóknami było rozwarstwienie (tzw. delaminacja). Polegało ono na częściowym rozdzieleniu się sąsiadujących ze sobą warstw. Wszystkie zaobserwowane delaminacje przebiegały na jednym poziomie, czyli między sąsiednimi warstwami. W żadnej próbce nie zaobserwowano delaminacji na wielu poziomach, czyli rozwarstwień pomiędzy wieloma warstwami. Przykład delaminacji na jednym poziomie przedstawiono na rycinach 34 oraz 35.

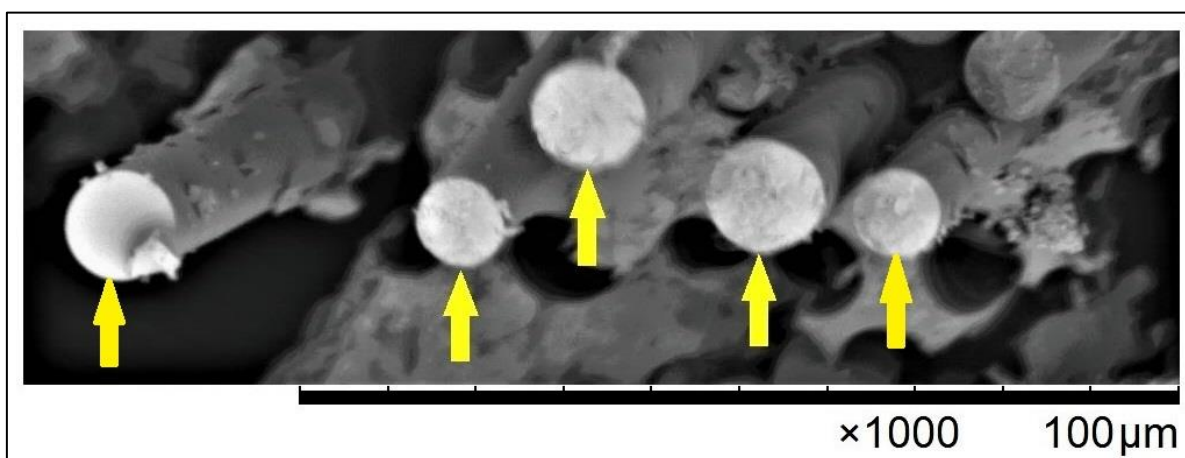


Ryc. 34. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy AMD 2 przedstawiający zjawisko delaminacji, powiększenie 200-krotne.

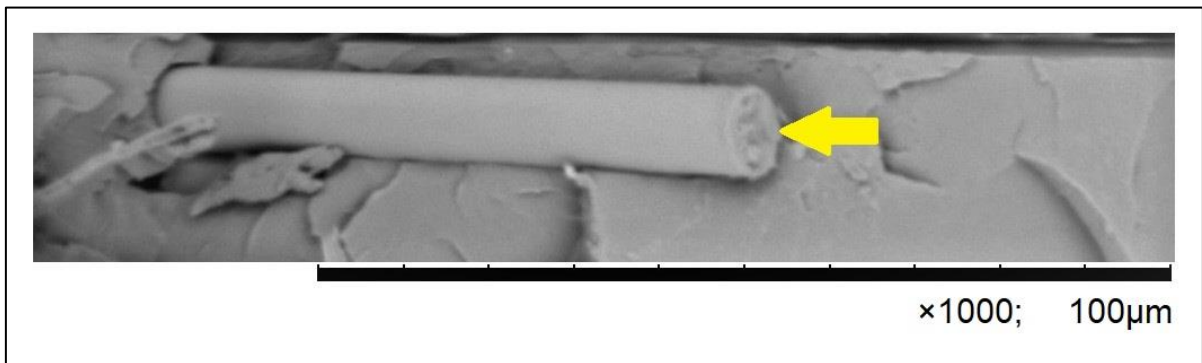


Ryc. 35. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL-AMD 1 przedstawiający zjawisko delaminacji (zaznaczono czerwonymi strzałkami) oraz pęknięcia kompozytu (zaznaczono żółtymi strzałkami), powiększenie 50-krotne.

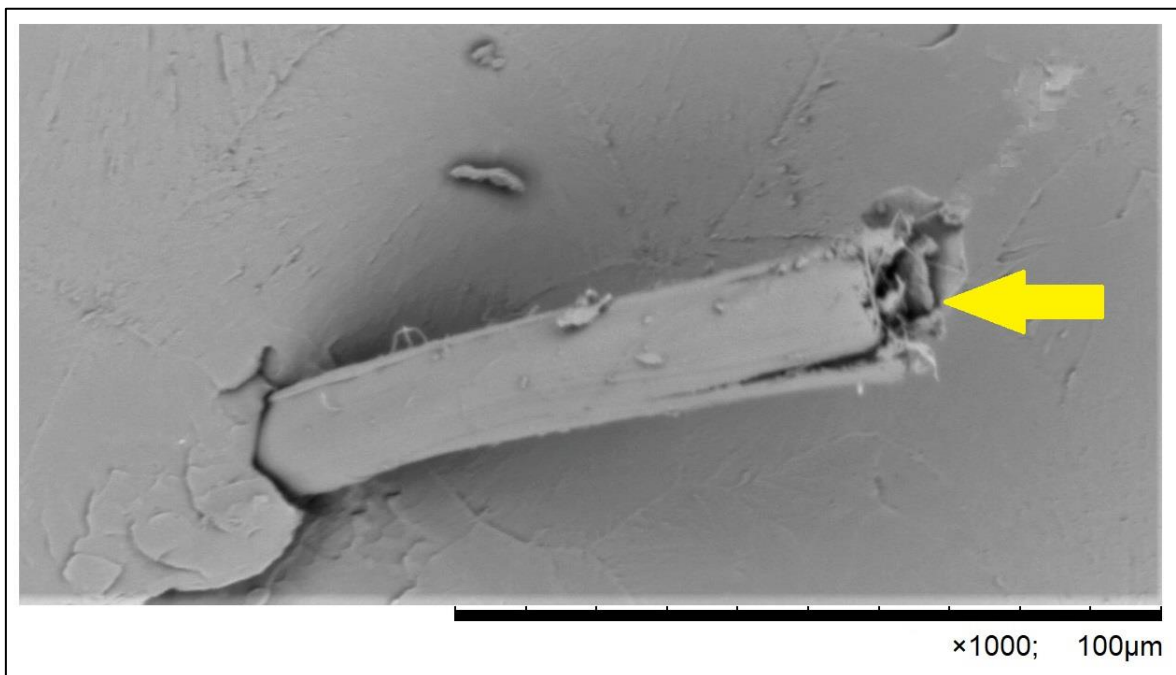
We wszystkich próbkach wzmocnionych włóknami zaobserwowano zniszczenie włókien. Obraz zniszczonych włókien był podobny dla włókien szklanych i węglowych, natomiast zupełnie odmienny dla włókien aramidowych. Degradacja włókien szklanych polegała na poprzecznym pękaniu, zachowując pierwotne okrągłe kształty na przekroju poprzecznym pojedynczych włókien. Degradacja włókien węglowych była analogiczna do mechanizmu niszczenia włókien szklanych. Włókna węglowe pękały w poprzek, a kształt przekroju pojedynczego włókna był okrągły lub owalny. Obserwacje mikroskopowe wykazały, iż pęknięcie włókien szklanych oraz węglowych miało charakter kruchy. Zupełnie inny wygląd miały zniszczone włókna aramidowe. Analizując obrazy mikroskopowe zerwanych włókien aramidowych należy zwrócić uwagę na pęknięcia poprzeczne, ale przede wszystkim na pęknięcia podłużne. Degradacja włókien polegająca na występowaniu pęknięć poprzecznych oraz podłużnych była charakterystyczna tylko dla włókien aramidowych. Porównanie zniszczeń różnych rodzajów włókien przedstawiono na rycinach 36 – 40.



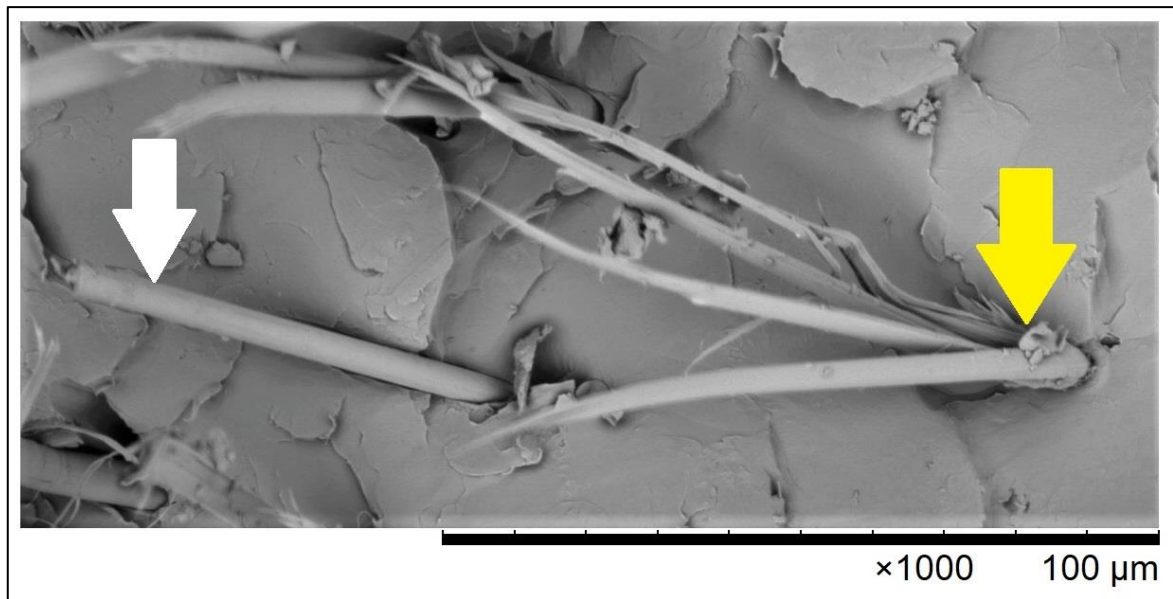
Ryc. 36. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL 1 przedstawiający zerwane pojedyncze włókna szklane. Żółtymi strzałkami zaznaczono przekroje poprzeczne zniszczonych włókien, powiększenie 1000-krotne.



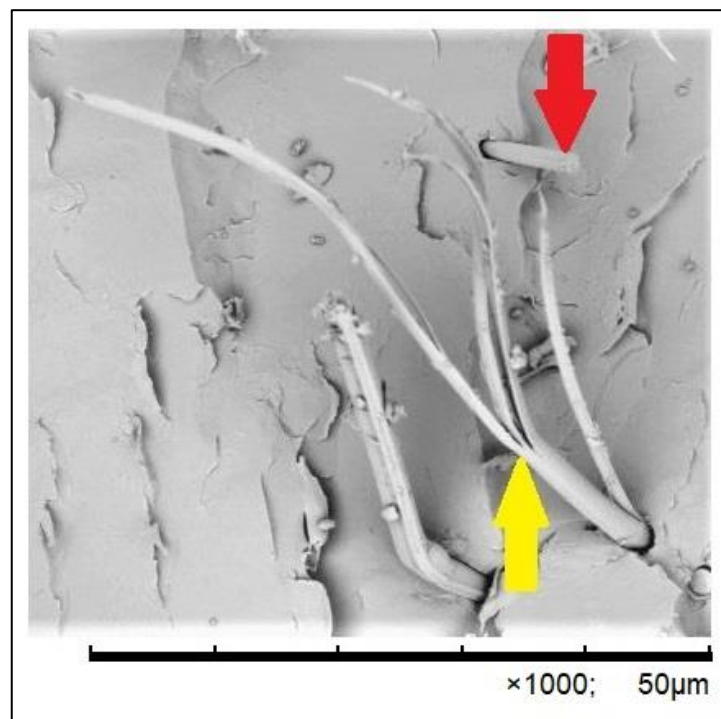
Ryc. 37. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy WGL 1 przedstawiający zerwane pojedyncze włókno węglowe. Żółtą strzałką zaznaczono przekrój poprzeczny zniszczonego włókna, powiększenie 1000-krotne.



Ryc. 38. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy AMD 1 przedstawiający zerwane włókno aramidowe. Żółtą strzałką zaznaczono przekrój poprzeczny zniszczonego włókna, widoczne liczne pęknięcia poprzeczne, powiększenie 1000-krotne.

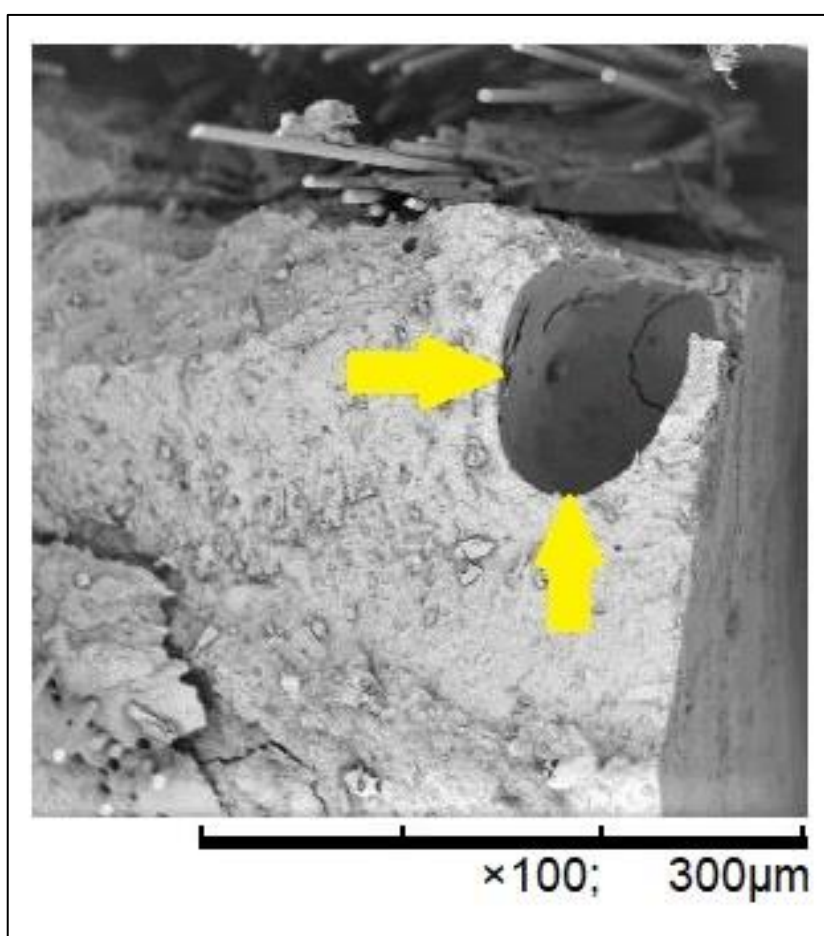


Ryc. 39. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL-AMD 2 przedstawiający porównanie zerwanych pojedynczych włókien: szklanego (zaznaczono białą strzałką) oraz aramidowego (zaznaczono żółtą strzałką), powiększenie 1000-krotne.

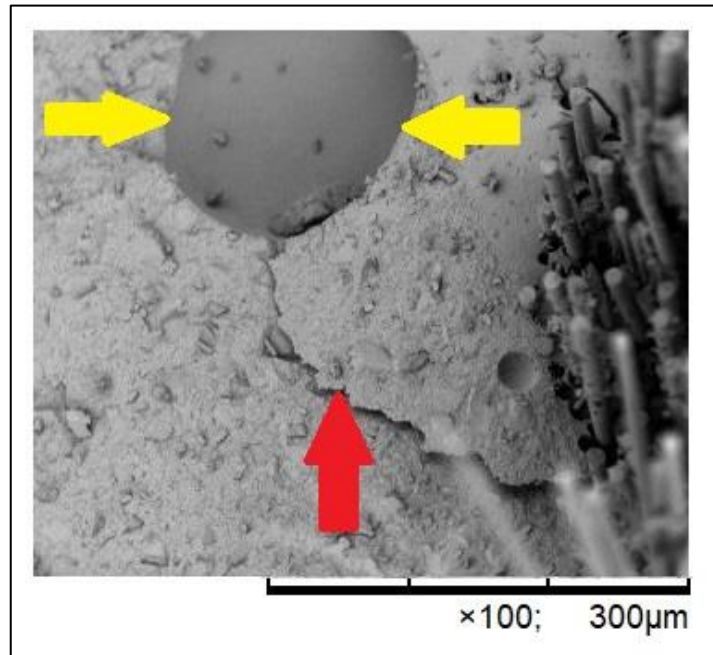


Ryc. 40. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy WGL-AMD 1 przedstawiający porównanie zerwanych pojedynczych włókien: węglowego (zaznaczono czerwoną strzałką) oraz aramidowego (zaznaczono żółtą strzałką), powiększenie 1000-krotne.

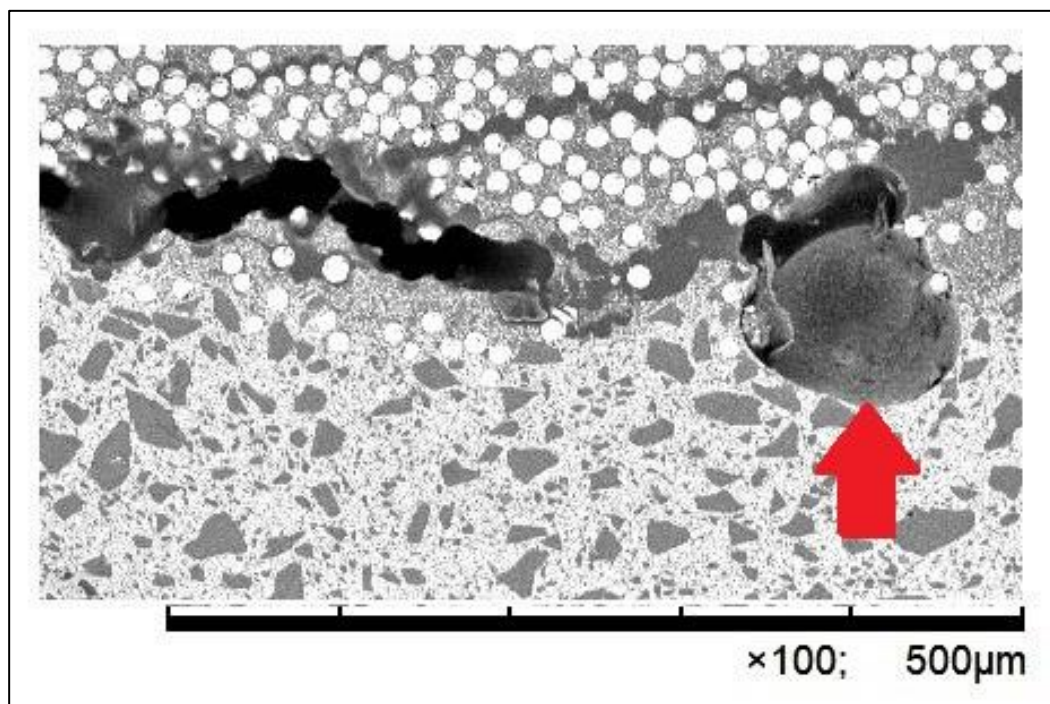
Podczas analizy obrazów mikroskopowych zauważono typowe defekty technologiczne powstałe na etapie przygotowywania próbek. Najczęściej występującymi artefaktami były pęcherzyki powietrza. Występowały one we wszystkich rodzajach próbek, zarówno w grupie kontrolnej, jak i grupie badanej. Pęcherzyki powietrza widoczne były wewnątrz kompozytu oraz na granicy włókno-kompozyt. Dodatkowo w próbkach wzmocnionych włóknami zaobserwowano niewypełnione przez materiał łączący obszary pomiędzy włóknami. Przykłady defektów powstałych na etapie przygotowywania próbek przedstawiono na rycinach 41 – 44.



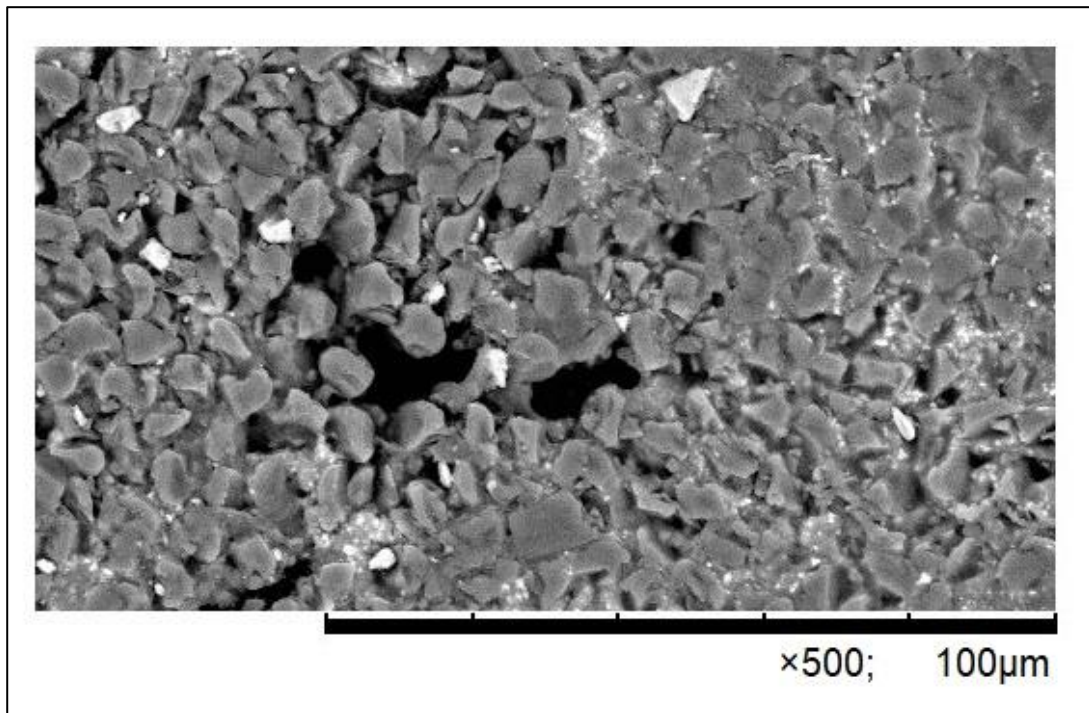
Ryc. 41. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL 2 przedstawiający pęcherzyk powietrza wewnątrz warstwy kompozytu. Defekt powstał na etapie kondensacji materiału złożonego, powiększenie 100-krotne.



Ryc. 42. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy WGL 1 przedstawiający pęcherzyk powietrza wewnątrz warstwy kompozytu (zaznaczono żółtymi strzałkami). Czerwoną strzałką zaznaczono pęknięcie kompozytu biegnące od pęcherzyka powietrza do granicy włókno-kompozyt, powiększenie 100-krotne.



Ryc. 43. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy SKL 1 przedstawiający pęcherzyk powietrza na granicy włókno-kompozyt (zaznaczono czerwoną strzałką), powiększenie 100-krotne.



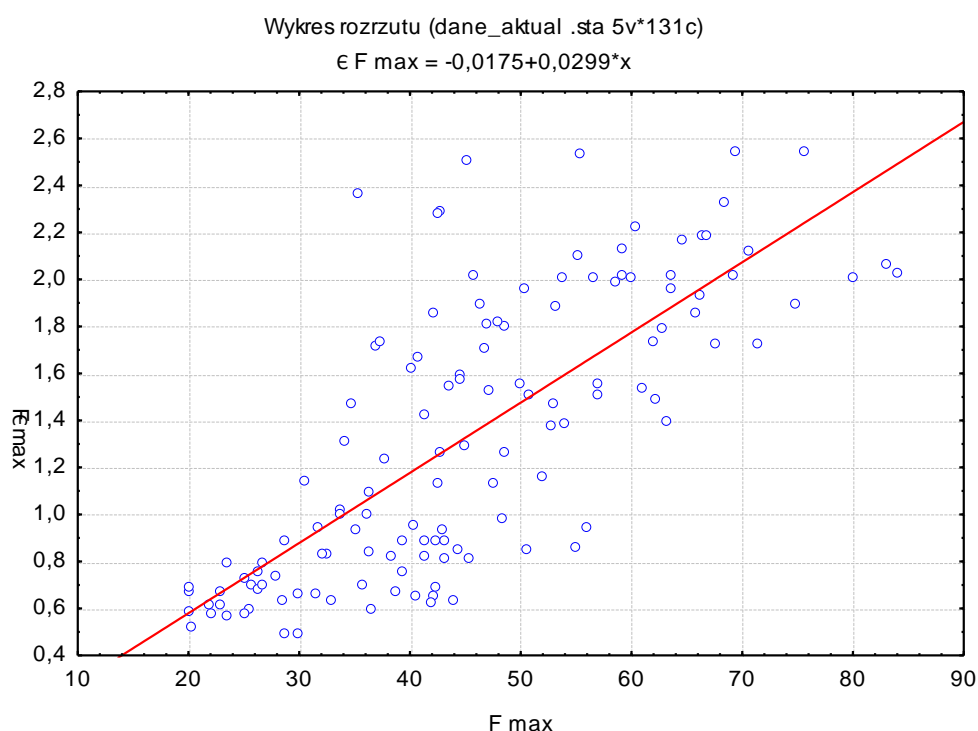
Ryc. 44. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy WGL 1 przedstawiający wolne przestrzenie niewypełnione materiałem łączącym wewnątrz warstwy włókien, powiększenie 500-krotne.

10. Analiza statystyczna wyników badań

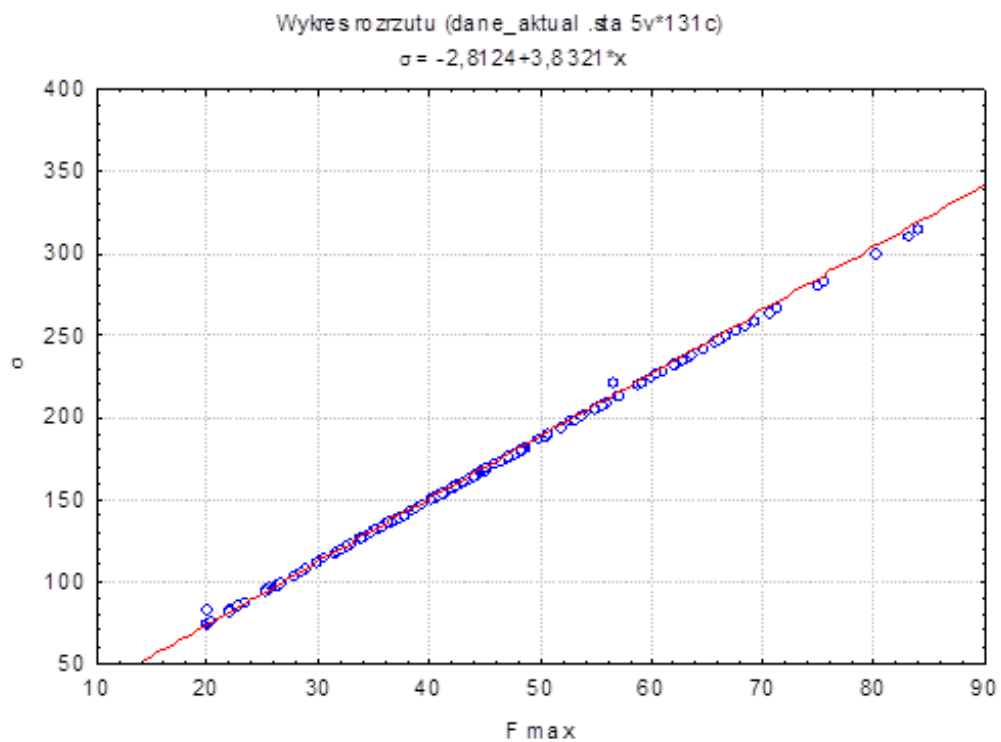
10.1. Badanie związków oraz rozkładów między grupą kontrolną a pozostałymi grupami w zakresie czterech parametrów wytrzymałościowych

10.1.1. Kontrola danych w kierunku wartości ekstremalnych i odstających

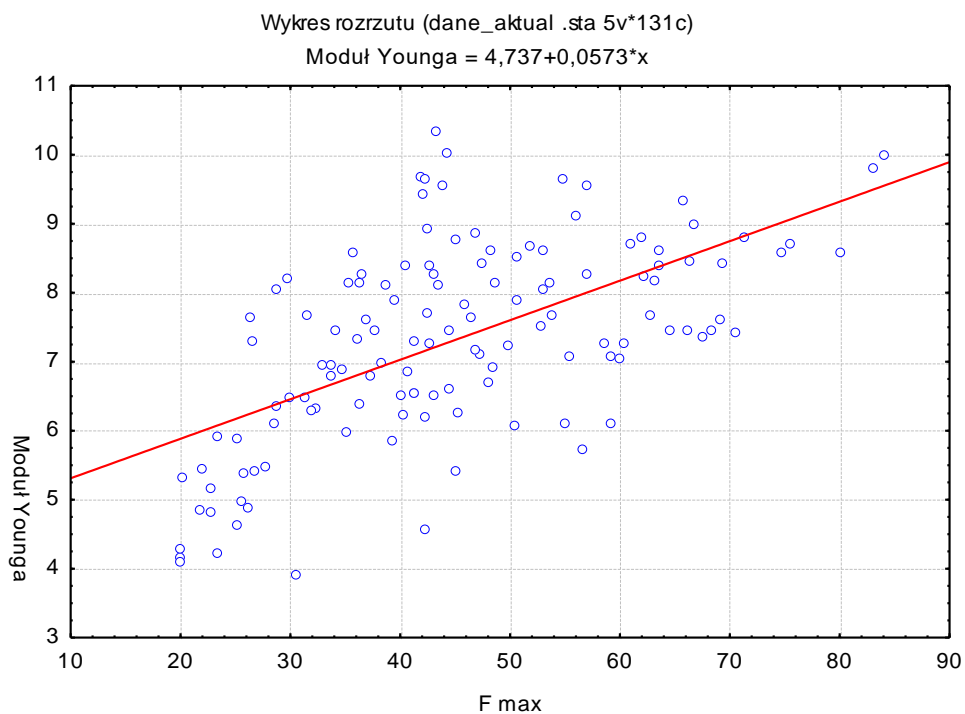
Kontrolę danych w kierunku wartości ekstremalnych i odstających przeprowadzono wizualnie na wykresach rozrzutu (wykres 1 – 3). W wyniku analizy wykresów 1 – 3 nie stwierdzono żadnego przypadku znacznie odbiegającego od pozostałych wartości. Oznacza to, że nie wykryto żadnych przypadków odstających oraz wszystkie uzyskane dane mogą być poddane dalszym analizom statystycznym.



Wykres 1. Wykres rozrzutu zależności strzałki ugięcia (ϵF_{max}) od maksymalnej siły zginającej (F_{max}).



Wykres 2. Wykres rozrzutu zależności wytrzymałości na zginanie (σ) od maksymalnej siły zginającej (F_{max}).



Wykres 3. Wykres rozrzutu zależności modułu Younga (E) od maksymalnej siły zginającej (F_{max}).

10.1.2. Sprawdzenie założeń testów statystycznych

Badanie rozkładów analizowanych parametrów w całej próbie i w grupach w celu wyboru właściwej metody wnioskowania statystycznego (testowania hipotez) rozpoczęto od sprawdzenia czy wariancje w grupach są jednorodne. W tym celu zastosowano test jednorodności wariancji Levene'a i otrzymano wyniki przedstawione w tabeli VI.

Tabela VI. Wyniki testów jednorodności wariancji Levene'a pomiędzy grupami dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , modułu Younga.

Zmienna	Test Levene'a jednorodności wariancji (dane_aktual .sta) Zaznaczone efekty są istotne z $p < ,05000$							
	SS Efekt	df Efekt	MS Efekt	SS Błąd	df Błąd	MS Błąd	F	p
F max	949,25	12	79,104	3215,63	117	27,4840	2,878180	0,001642
ε F max	1,25	12	0,104	4,91	117	0,0420	2,475027	0,006399
σ	16814,85	12	1401,237	49161,68	117	420,1853	3,334808	0,000344
Moduł Younga	3,01	12	0,251	42,35	117	0,3620	0,693223	0,755228

Wysoce istotny wynik testu wskazał, że trzy parametry: (F_{max} , εF_{max} , σ) nie mają równych wariancji w grupach. Testowanie hipotez opartych na wynikach testów parametrycznych (t-Studenta) w takim przypadku mogło dawać fałszywe wyniki. Dlatego wykorzystano test nieparametryczny nie wymagający spełnienia założeń o równości wariancji oraz dodatkowo o normalności rozkładów. Moduł Younga spełniał oba założenia, ale dla porównywalności wyników również dla tego parametru użyto testu nieparametrycznego. Do wnioskowania zastosowano test nieparametryczny dla dwóch grup niezależnych Manna-Whitneya. Porównano rozkłady wszystkich czterech parametrów wytrzymałościowych w grupie kontrolnej z każdą z serii w grupie badanej.

Do interpretacji ilościowej zaobserwowanych prawidłowości wykorzystano medianę i kwartyle, zamiast średniej i odchylenia standardowego. Wynika to z faktu, iż zastosowano testy nieparametryczne. Warto zaznaczyć, że średnia i mediana to miary tendencji centralnej czyli przeciętnej wartości cechy. W rozkładzie normalnym obie miary są równe lub zbliżone. Gdy występuje odchylenie od normalności (asymetria rozkładu) lepszą miarą jest mediana. W niniejszej analizie statystycznej dla każdego parametru wytrzymałościowego obliczano medianę, którą w interpretacji uzyskanych wyników nazwano „przeciętną”.

Przy każdej wartości liczbowej mediany w nawiasie okrągłym podano kolejno wartość kwartyli Q_{25} oraz Q_{75} , gdzie:

Q_{25} – oznacza dolny kwartył

(25% obserwacji położonych jest poniżej tego kwartyła)

Q_{75} – oznacza górny kwartył

(75% obserwacji położonych jest powyżej tego kwartyła)

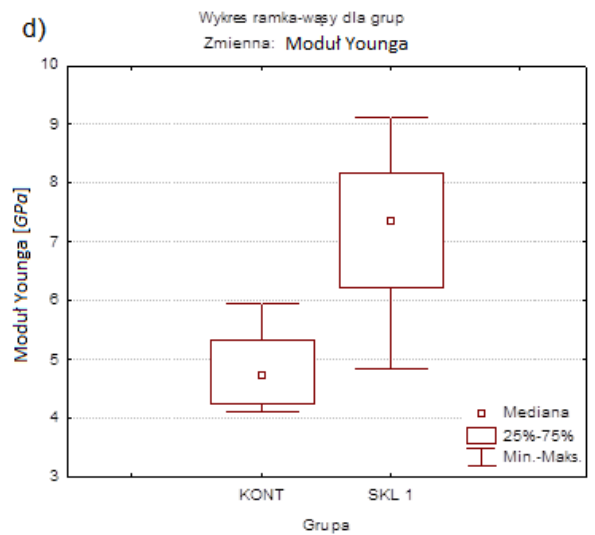
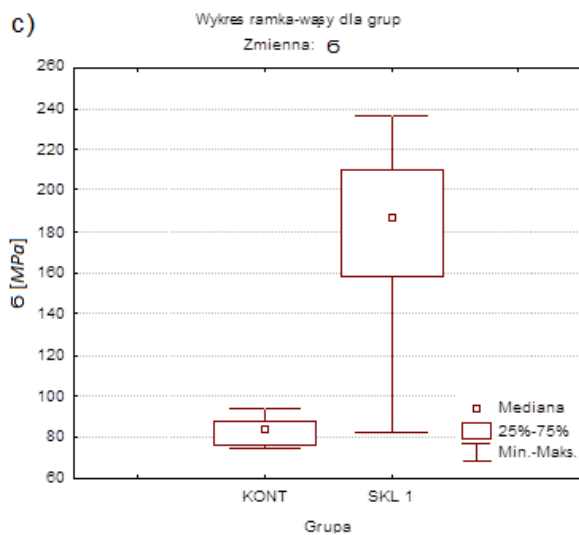
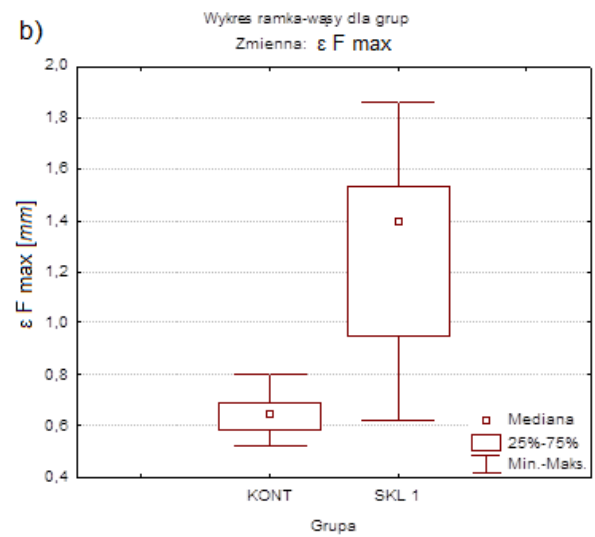
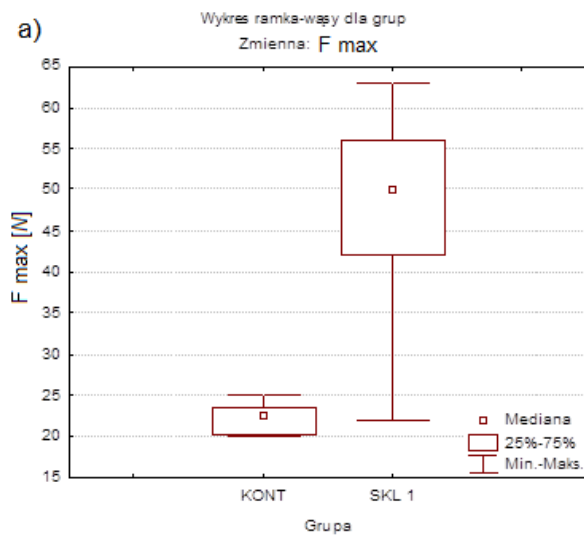
10.1.3. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL 1

Różnice między grupami KONT i SKL 1 w zakresie wszystkich parametrów okazały się wysoce istotne na poziomie istotności $p = 0,001$ (tabela VII).

Tabela VII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL 1 dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta) Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p < ,05000$							
	Sum.rang KONT	Sum.rang SKL 1	U	Z	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. SKL 1	2*1str. dokł. p
F max	61,00	149,00	6,00	-3,33	0,000881	10	10	0,000325
ϵF_{max}	62,50	147,50	7,50	-3,21	0,001315	10	10	0,000487
σ	62,00	148,00	7,00	-3,25	0,001152	10	10	0,000487
Moduł Younga	61,00	149,00	6,00	-3,33	0,000881	10	10	0,000325

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL 1 równej 49,92 N (42,16; 55,91). Przeciętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL 1 wynoszącej 1,4 mm (0,95; 1,53). Przeciętna wielkość parametru σ w grupie KONT była równa 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL 1 równej 187,21 MPa (158,1; 209,66). Przeciętna wielkość modułu Younga w grupie KONT osiągnęła wartość 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL 1 wynoszącej 7,36 GPa (6,2; 8,17). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 45.



Ryc. 45. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL 1 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) ϵF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

10.1.4. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą WGL 1

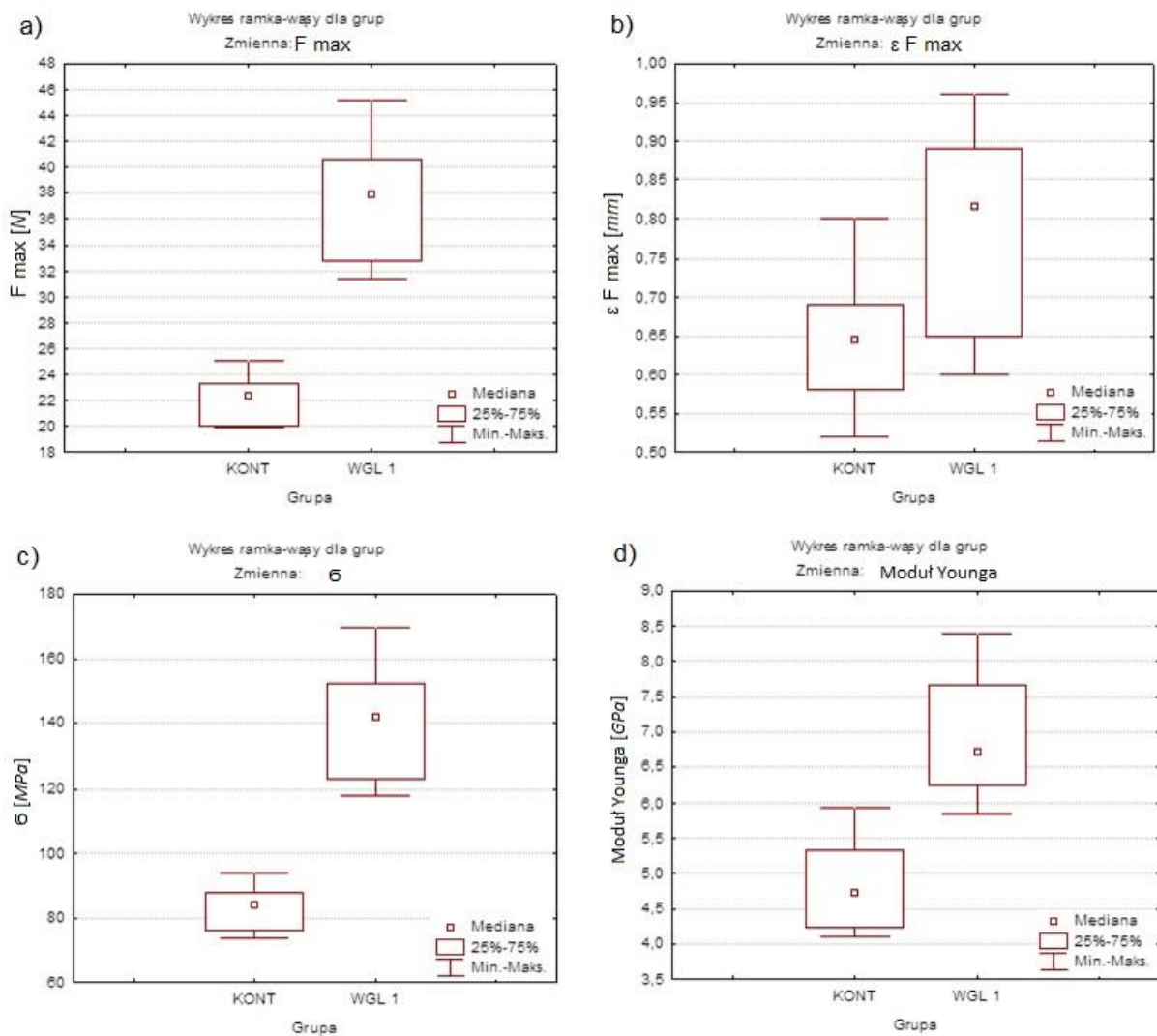
Różnice między grupami KONT i WGL 1 w zakresie wszystkich parametrów okazały się wysoce istotne (tabela VIII).

Tabela VIII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i WGL 1 dla parametrów:

F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Wzg.zmienn. Grupa									
Zaznaczone wyniki są istotne z $p < 0,05000$										
	Sum.rang KONT	Sum.rang WGL 1	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. WGL 1	2*1str. dokł. p
F max	55,00000	155,0000	0,00000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
ϵF_{max}	76,00000	134,0000	21,00000	-2,19219	0,028366	-2,19302	0,028307	10	10	0,028806
σ	55,00000	155,0000	0,00000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
Moduł Younga	56,00000	154,0000	1,00000	-3,70405	0,000212	-3,70405	0,000212	10	10	0,000022

Dla parametrów: F_{max} , σ oraz modułu Younga poziom istotności wynosił $p = 0,000$ natomiast dla parametru ϵF_{max} poziom istotności wynosił $p = 0,028$. Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była znacząco mniejsza od wielkości w grupie WGL 1 równej 37,83 N (32,88; 40,55). Przeciętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL 1 wynoszącej 0,82 mm (0,65; 0,89). Przeciętna wielkość parametru σ w grupie KONT równa była 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL 1 wynoszącej 141,85 MPa (123,28; 152,05). Przeciętna wielkość modułu Younga w grupie KONT wyniosła 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL 1 równej 6,72 GPa (6,26; 7,66). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 46.



Ryc. 46. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i WGL 1 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) ϵF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

10.1.5. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą AMD 1

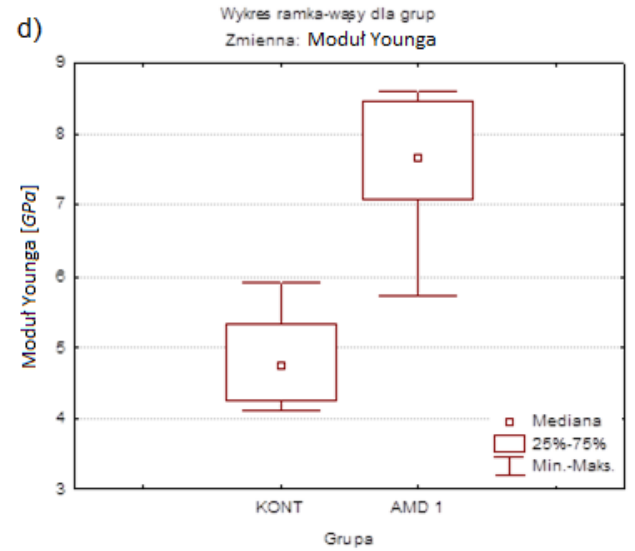
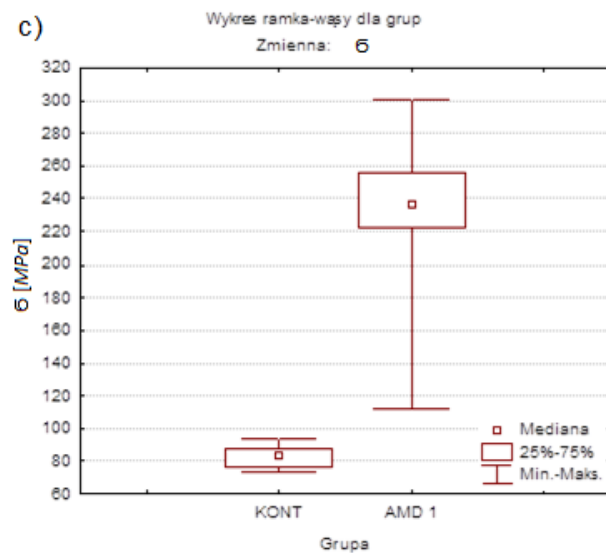
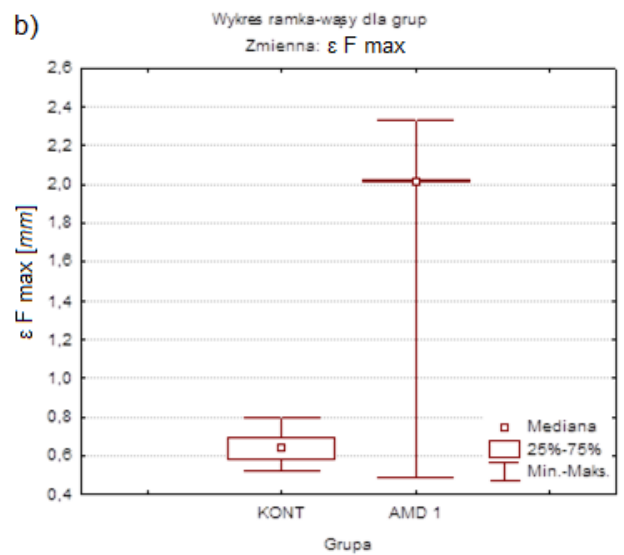
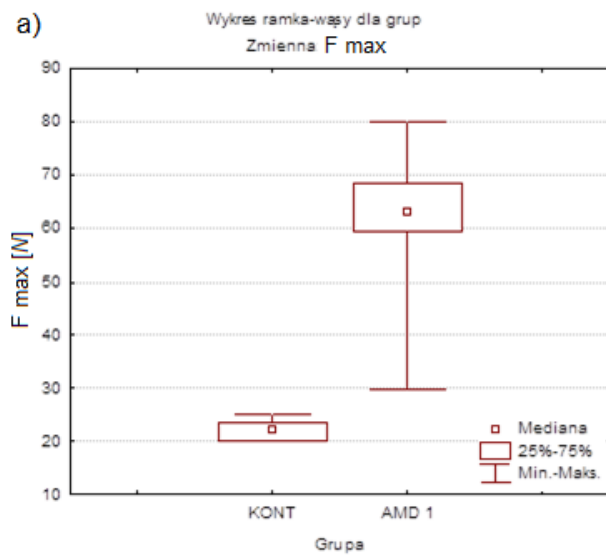
Różnice między grupami KONT i AMD 1 w zakresie wszystkich parametrów okazały się wysoce istotne na poziomie $p < 0,002$ (tabela IX).

Tabela IX. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i AMD 1 dla parametrów:

F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta) Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p < ,05000$									
	Sum.rang KONT	Sum.rang AMD 1	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. AMD 1	2*1str. dokł. p
F max	55,00000	155,0000	0,00000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
ϵF_{max}	65,00000	145,0000	10,00000	-3,02372	0,002497	-3,02942	0,002450	10	10	0,001505
σ	55,00000	155,0000	0,00000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
Moduł Younga	56,00000	154,0000	1,00000	-3,70405	0,000212	-3,70405	0,000212	10	10	0,000022

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie AMD 1 równej 63,16 N (59,19; 68,33). Przeciętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie AMD 1 wynoszącej 2,02 mm (2,01; 2,02). Przeciętna wielkość parametru σ w grupie KONT osiągnęła 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie AMD 1 wynoszącej 236,87 MPa (221,97; 256,23). Przeciętna wielkość modułu Younga w grupie KONT wyniosła 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie AMD1 równej 7,65 GPa (7,06; 8,46). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 47.



Ryc. 47. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i AMD 1 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) εF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

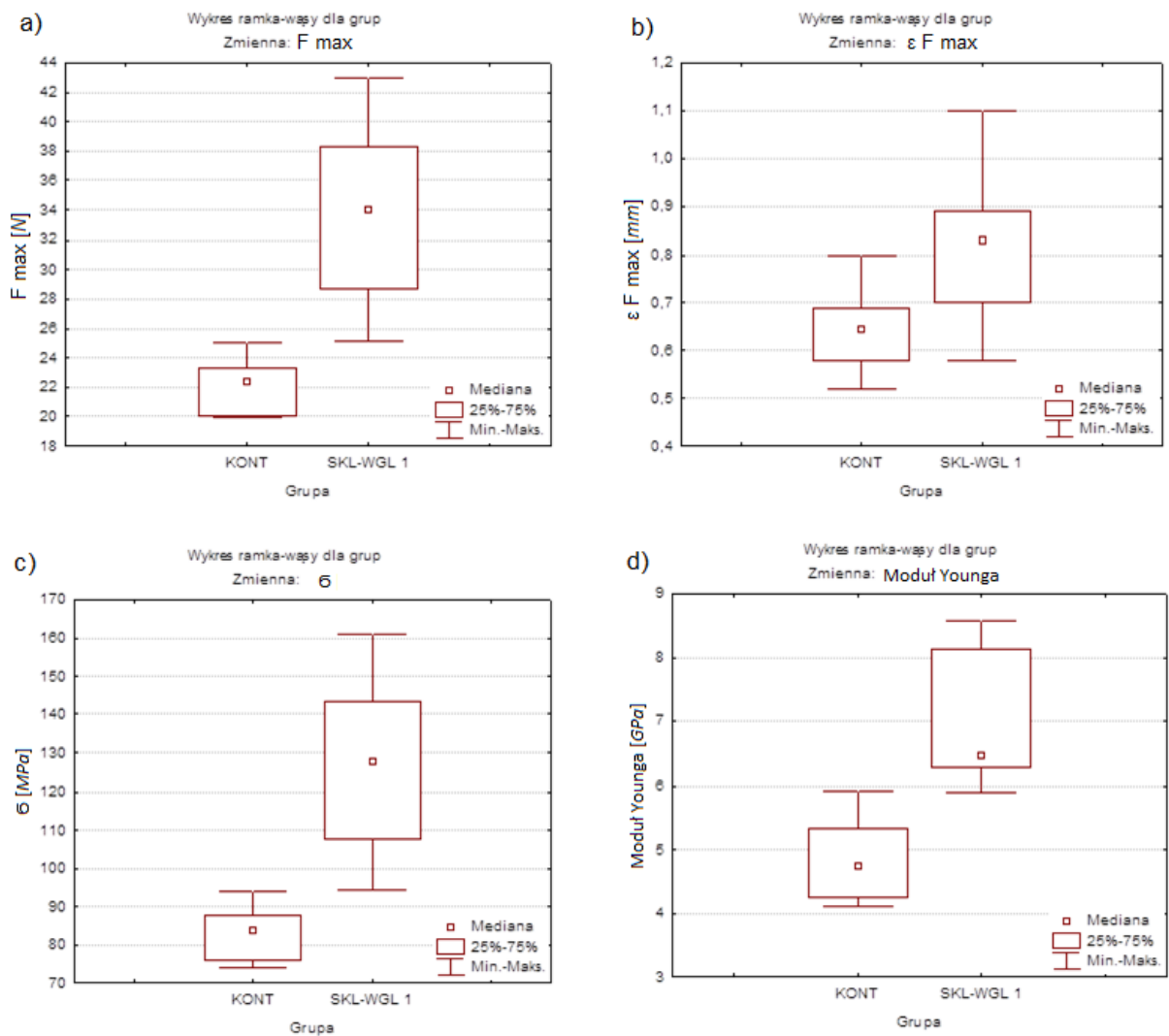
10.1.6. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL-WGL 1

Różnice między grupami KONT i SKL-WGL 1 w zakresie wszystkich parametrów okazały się istotne na poziomie $p \leq 0,005$ (tabela X).

Tabela X. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL-WGL 1
dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p < ,05000$									
	Sum.rang KONT	Sum.rang SKL-WGL 1	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. SKL- WGL 1	2*1str. dokł. p
F_{max}	55,000	155,000	0,000	-3,780	0,000	-3,780	0,000	10	10	0,000
ϵF_{max}	69,500	140,500	14,500	-2,684	0,007	-2,688	0,007	10	10	0,005
σ	55,000	155,000	0,000	-3,780	0,000	-3,780	0,000	10	10	0,000
Moduł Younga	56,000	154,000	1,000	-3,704	0,000	-3,704	0,000	10	10	0,000

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 1 równej 34,01 N (28,73; 38,27). Przeciętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 1 wynoszącej 0,83 mm (0,7; 0,89). Przeciętna wielkość parametru σ w grupie KONT równa była 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 1 równej 127,53 MPa (107,74; 143,53). Przeciętna wielkość modułu Younga w grupie KONT wyniosła 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 1 równej 6,46 GPa (6,28; 8,13). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 48.



Ryc. 48. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL-WGL 1 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) ϵF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

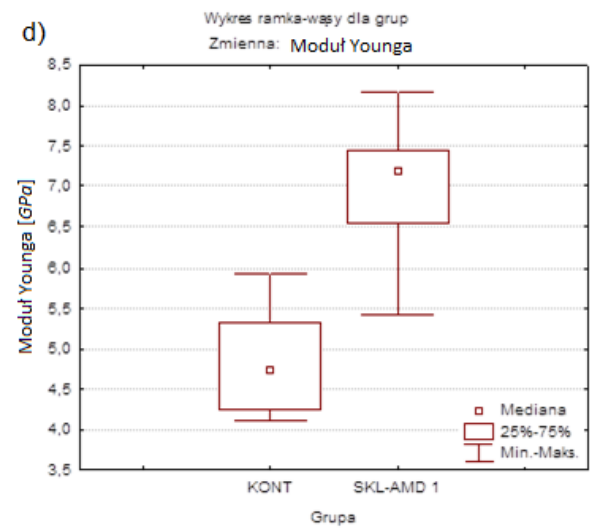
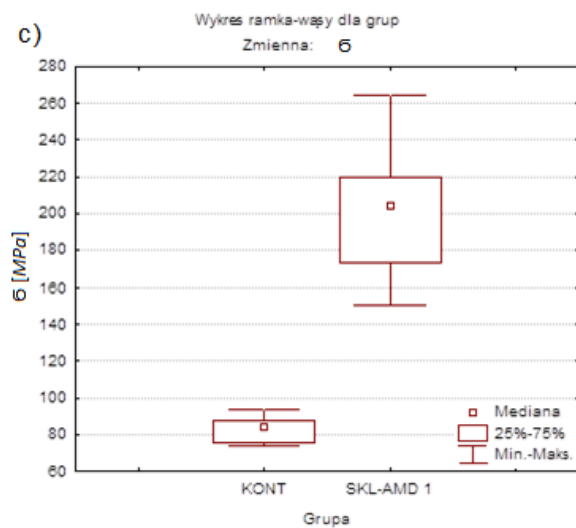
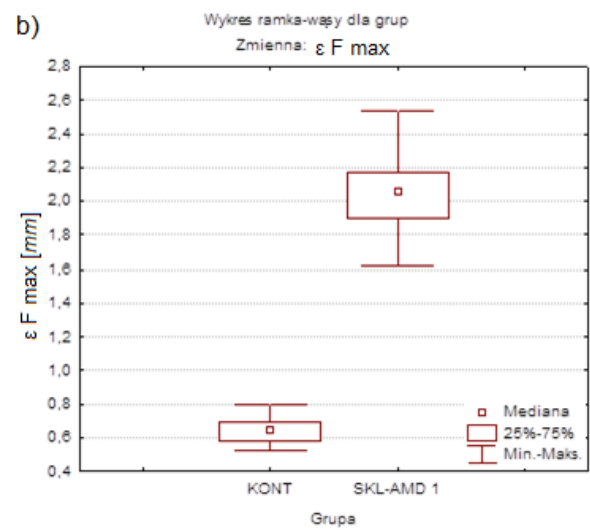
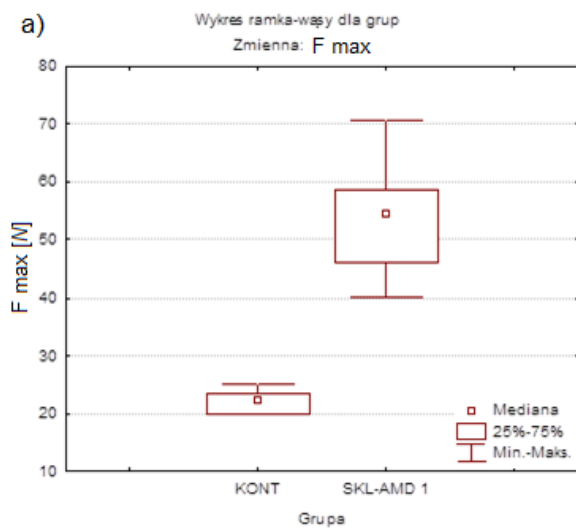
10.1.7. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL-AMD 1

Różnice między grupami KONT i SKL-AMD 1 w zakresie wszystkich parametrów okazały się wysoce istotne na poziomie $p = 0,000$ (tabela XI).

Tabela XI. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL-AMD 1 dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Sum.rang KONT	Sum.rang SKL-AMD 1	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. SKL-AMD 1	2*1str. dokł. p
F max	55,00000	155,0000	0,000000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
ϵF_{max}	55,00000	155,0000	0,000000	-3,77964	0,000157	-3,78107	0,000156	10	10	0,000011
σ	55,00000	155,0000	0,000000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
Moduł Younga	57,00000	153,0000	2,000000	-3,62846	0,000285	-3,62846	0,000285	10	10	0,000043

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-AMD 1 równej 54,35 N (46,36; 58,61). Przeciętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-AMD1 wynoszącej 2,06 mm (1,9; 2,17). Przeciętna wielkość parametru σ w grupie KONT osiągnęła 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-AMD 1 wynoszącej 203,79 MPa (173,84; 219,79). Przeciętna wielkość modułu Younga w grupie KONT wyniosła 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-AMD 1 równej 7,18 GPa (6,53; 7,45). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 49.



Ryc. 49. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL-AMD 1 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) εF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

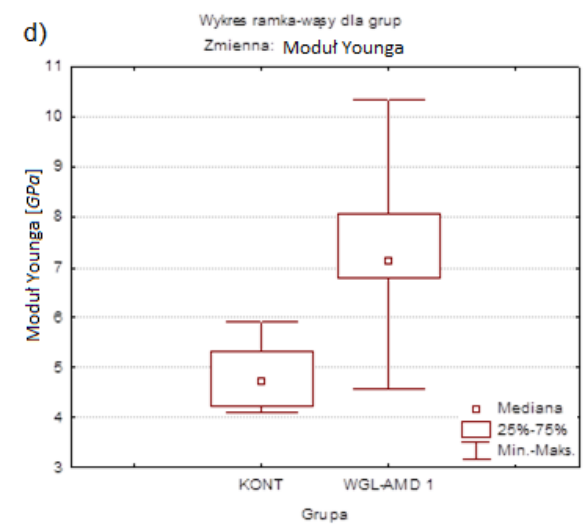
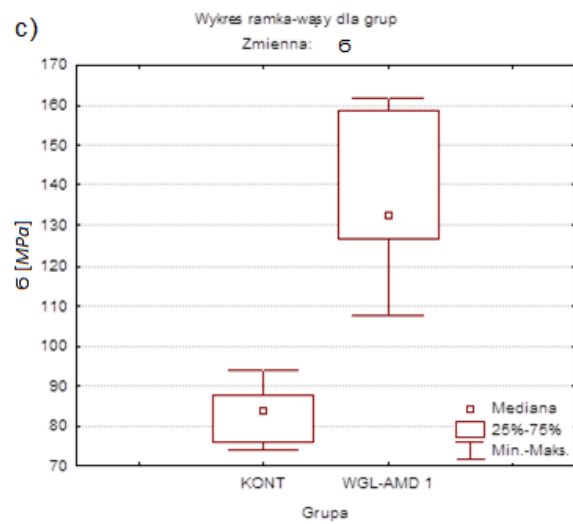
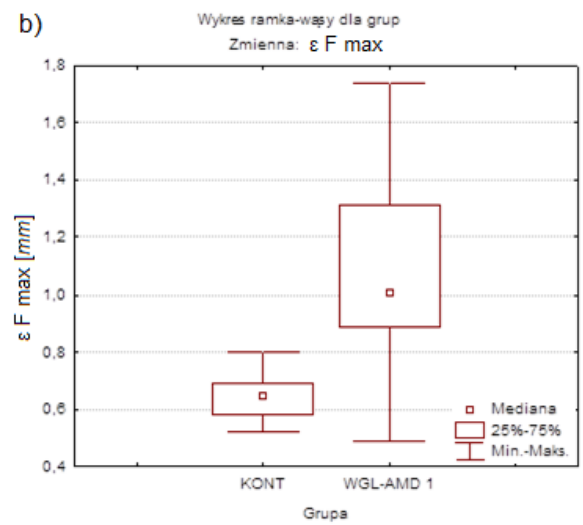
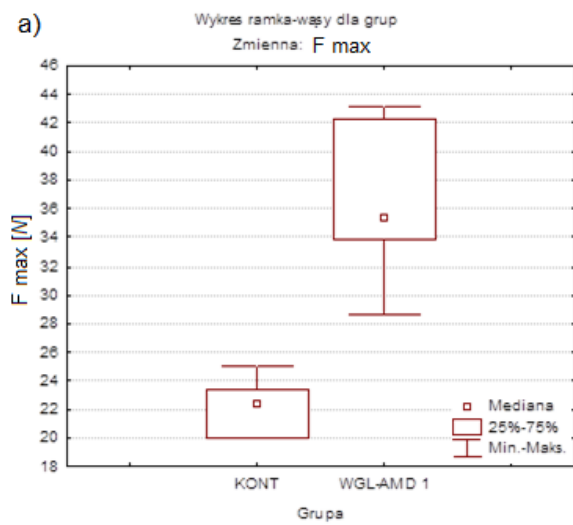
10.1.8. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą WGL-AMD 1

Różnice między grupami KONT i WGL-AMD 1 w zakresie wszystkich parametrów okazały się wysoce istotne na poziomie $p = 0,002$ (tabela XII).

Tabela XII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i WGL-AMD 1 dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)										
	Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p < 0,05000$										
	Sum.rang KONT	Sum.rang WGL-AMD 1	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. WGL-AMD 1	2*1str. dokł. p	
F max	55,00	155,00	0,00	-3,78	0,000	-3,780	0,000	10	10	0,000	
ϵF_{max}	65,00	145,00	10,00	-3,02	0,002	-3,026	0,002	10	10	0,002	
σ	55,00	155,00	0,00	-3,78	0,000	-3,780	0,000	10	10	0,000	
Moduł Younga	61,00	149,00	6,00	-3,33	0,001	-3,326	0,001	10	10	0,000	

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL-AMD 1 równej 35,31 N (33,76; 42,31). Przepiętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL-AMD 1 wynoszącej 1,01 mm (0,89; 1,31). Przepiętna wielkość parametru σ w grupie KONT osiągnęła 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL-AMD 1 równej 132,41 MPa (126,58; 158,65). Przepiętna wielkość modułu Younga w grupie KONT wyniosła 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL-AMD 1 równej 7,13 GPa (6,81; 8,05). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 50.



Ryc. 50. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i WGL-AMD 1 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) ϵF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

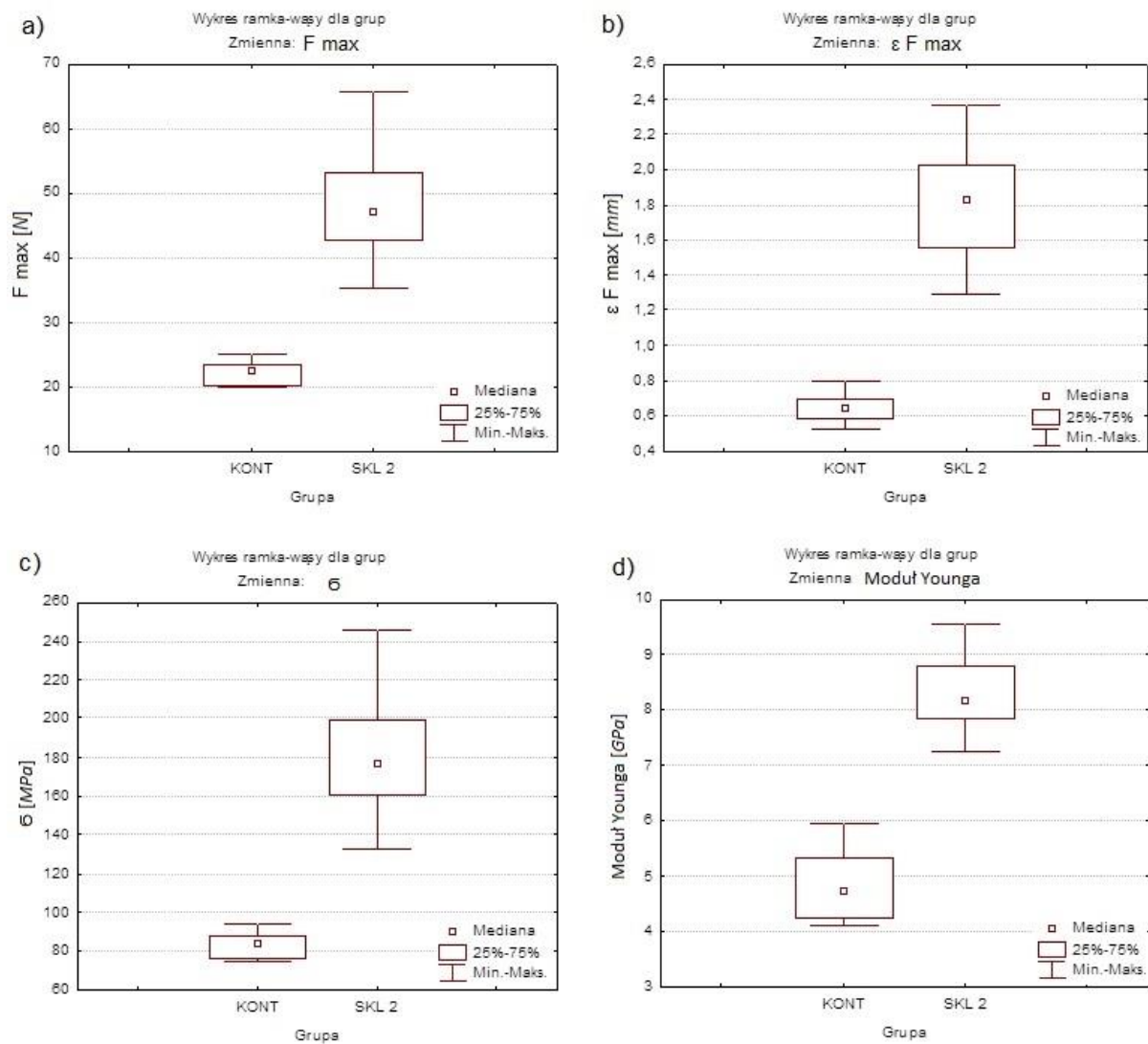
10.1.9. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL 2

Różnice między grupami KONT i SKL 2 w zakresie wszystkich parametrów okazały się wysoce istotne na poziomie istotności $p = 0,000$ (tabela XIII).

Tabela XIII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL 2
dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p < ,05000$									
	Sum.rang KONT	Sum.rang SKL 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. SKL 2	2*1str. dokł. p
F_{max}	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
ϵF_{max}	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,78107	0,000156	10	10	0,000011
σ	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
Moduł Younga	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była znacząco mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL 2 równej 47,17 N (42,72; 53,02). Przekiętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL 2 wynoszącej 1,83 mm (1,56; 2,02). Przekiętna wielkość parametru σ w grupie KONT równa była 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL 2 równej 176,86 MPa (160,19; 198,82). Przekiętna wielkość modułu Younga w grupie KONT wyniosła 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL 2 równej 8,15 GPa (7,82; 8,78). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 51.



Ryc. 51. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL 2 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) ϵF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

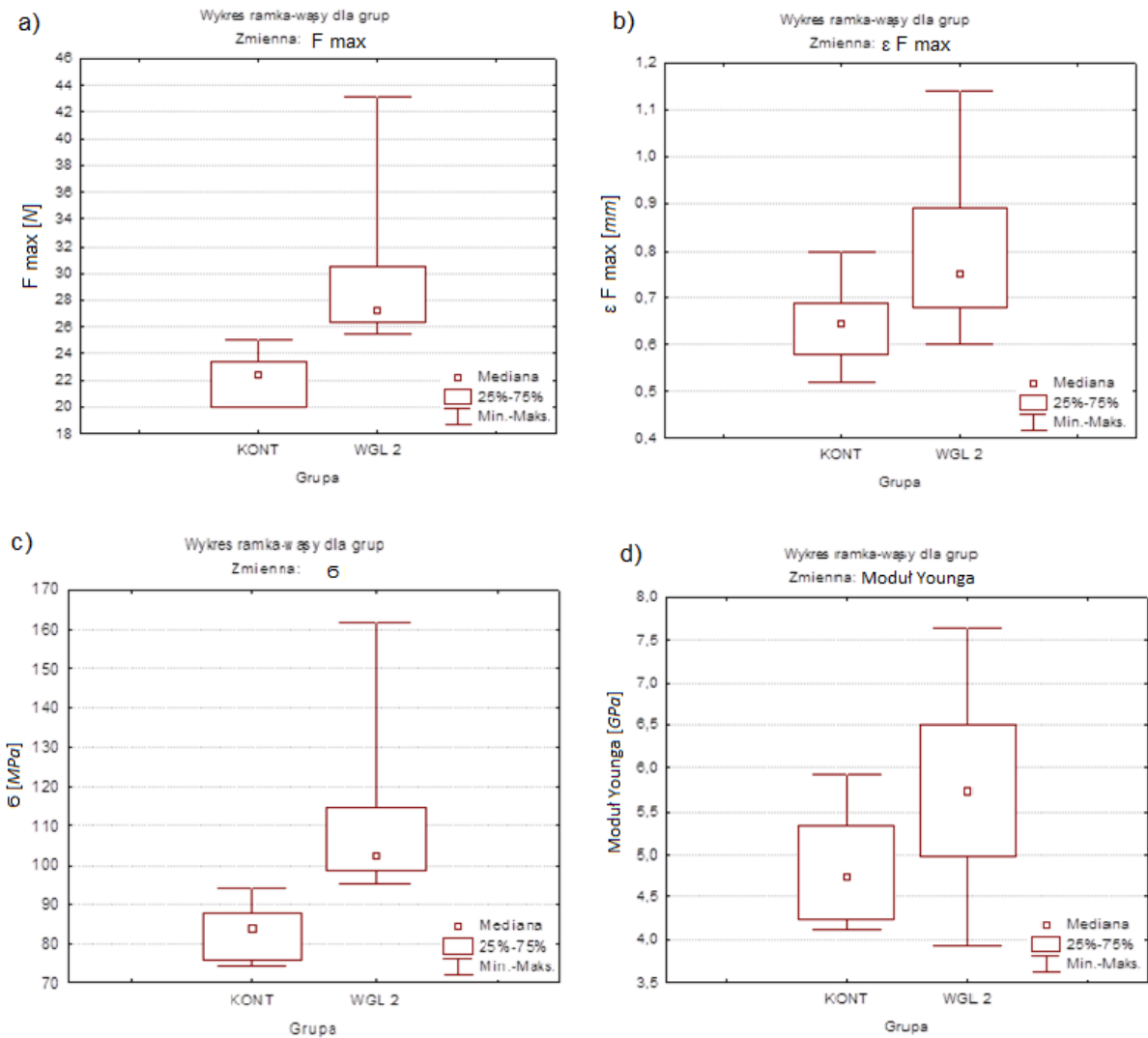
10.1.10. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą WGL 2

Różnice między grupami KONT i WGL 2 w zakresie wszystkich parametrów okazały się istotne statystycznie. Dla parametrów: F_{max} oraz $\bar{\sigma}$ poziom istotności wynosił $p = 0,000$. Dla parametrów: ϵF_{max} oraz moduł Younga istotne kolejno na poziomie $p = 0,015$ oraz $p = 0,029$ (tabela XIV).

Tabela XIV. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i WGL 2 dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , $\bar{\sigma}$, moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p < 0,05000$									
	Sum.rang KONT	Sum.rang WGL 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. WGL 2	2*1str. dokł. p
F max	55,00000	155,0000	0,00000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
ϵF_{max}	73,50000	136,5000	18,50000	-2,38118	0,017258	-2,38297	0,017174	10	10	0,014690
$\bar{\sigma}$	55,00000	155,0000	0,00000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
Moduł Younga	76,00000	134,0000	21,00000	-2,19219	0,028366	-2,19219	0,028366	10	10	0,028806

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL 2 równej 37,83 N (32,88; 40,55). Przeciętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL 2 wynoszącej 0,82 mm (0,65; 0,89). Przeciętna wielkość parametru $\bar{\sigma}$ w grupie KONT osiągnęła 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się istotnie mniejsza od wielkości w grupie WGL 2 równej 141,85 MPa (123,28; 152,05). Przeciętna wielkość modułu Younga w grupie KONT wyniosła 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL 2 równej 6,72 GPa (6,26; 7,66). Wizualizację graficzną zaobserwowanych zależności przedstawiono na rycinie 52.



Ryc. 52. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i WGL 2 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) ϵF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

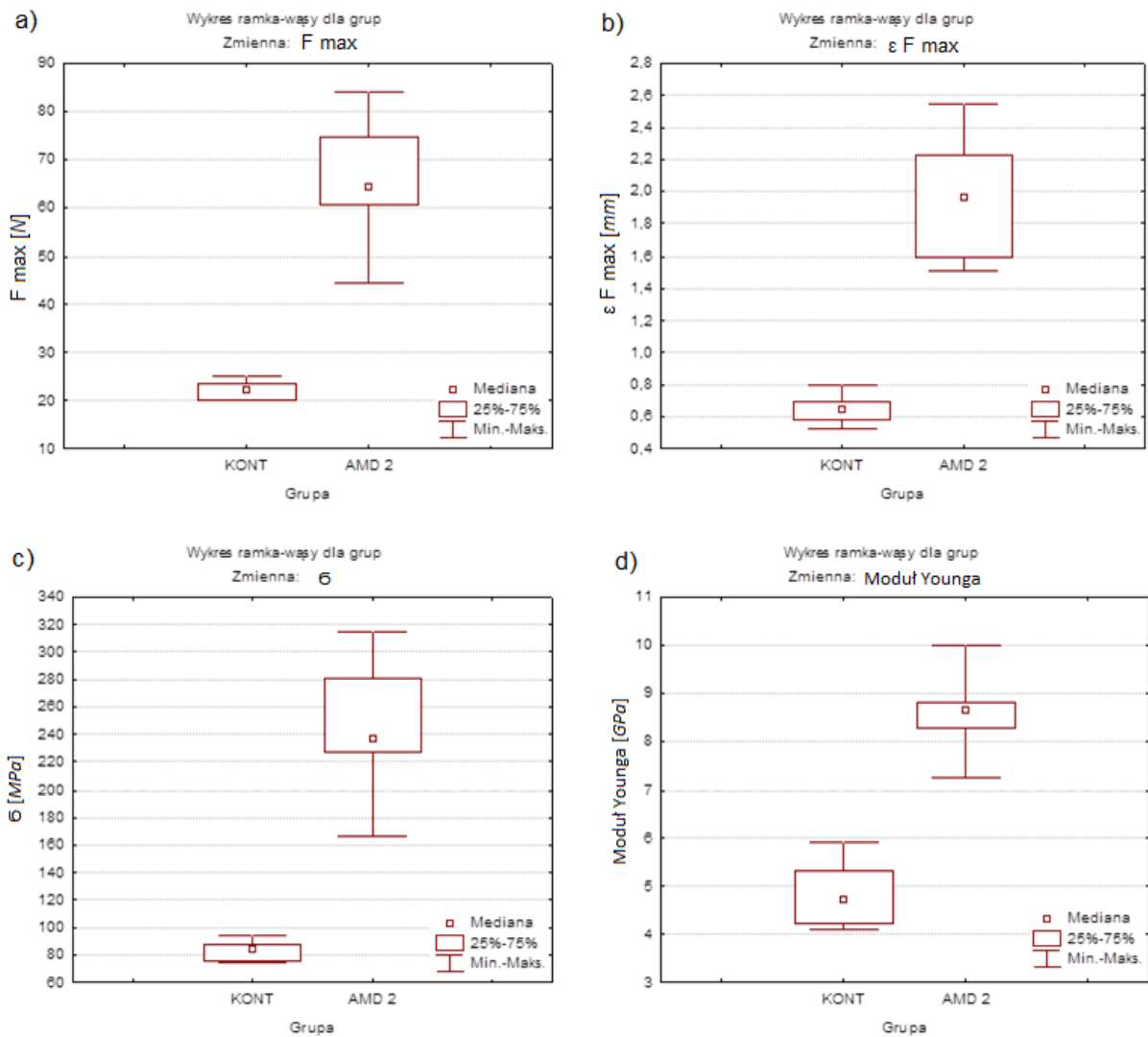
10.1.11. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą AMD 2

Różnice między grupami KONT i AMD 2 w zakresie wszystkich parametrów okazały się wysoce istotne na poziomie $p = 0,000$ (tabela XV).

Tabela XV. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i AMD 2 dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Sum.rang KONT	Sum.rang AMD 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. AMD 2	2*1str. dokł. p
F max	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
ϵF_{max}	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,78249	0,000155	10	10	0,000011
σ	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
Moduł Younga	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była znacząco mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie AMD 2 równej 64,3 N (60,4; 74,78). Przekiętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była znacząco mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie AMD 2 wynoszącej 1,97 mm (1,6; 2,23). Przekiętna wielkość parametru σ w grupie KONT osiągnęła 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się znacząco mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie AMD 2 równej 236,69 MPa (226,51; 280,43). Przekiętna wielkość modułu Younga w grupie KONT wyniosła 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była znacząco mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie AMD 2 równej 8,64 GPa (8,28; 8,82). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 53.



Ryc. 53. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i AMD 2 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) ϵF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

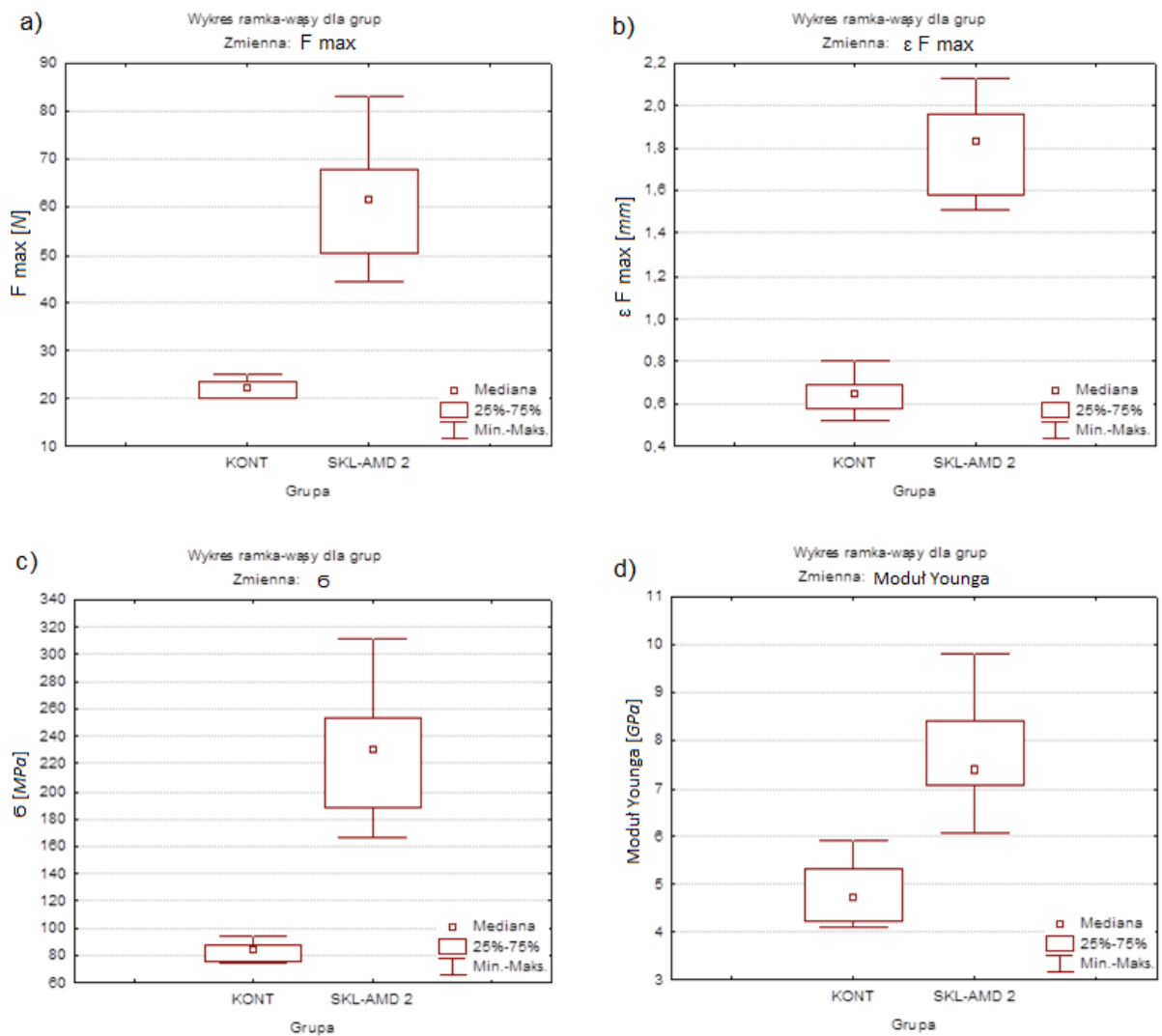
10.1.12. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL-AMD 2

Różnice między grupami KONT i SKL-AMD 2 w zakresie wszystkich parametrów okazały się wysoce istotne na poziomie $p = 0,000$ (tabela XVI).

Tabela XVI. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL-AMD 2 dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta) Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p < ,05000$									
	Sum.rang KONT	Sum.rang SKL-AMD 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. SKL-AMD 2	2*1 str. dokł. p
F max	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
ϵF_{max}	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,78391	0,000154	10	10	0,000011
σ	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
Moduł Younga	55,00000	155,0000	0,00	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-AMD 2 równej 61,4 N (50,39; 67,59). Przeciętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-AMD 2 wynoszącej 1,83 mm (1,58; 1,96). Przeciętna wielkość parametru σ w grupie KONT osiągnęła 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-AMD 2 równej 230,24 MPa (188,96; 253,46). Przeciętna wielkość modułu Younga w grupie KONT wyniosła 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-AMD 2 równej 7,4 GPa (7,08; 8,4). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 54.



Ryc. 54. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL-AMD 2 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) ϵF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

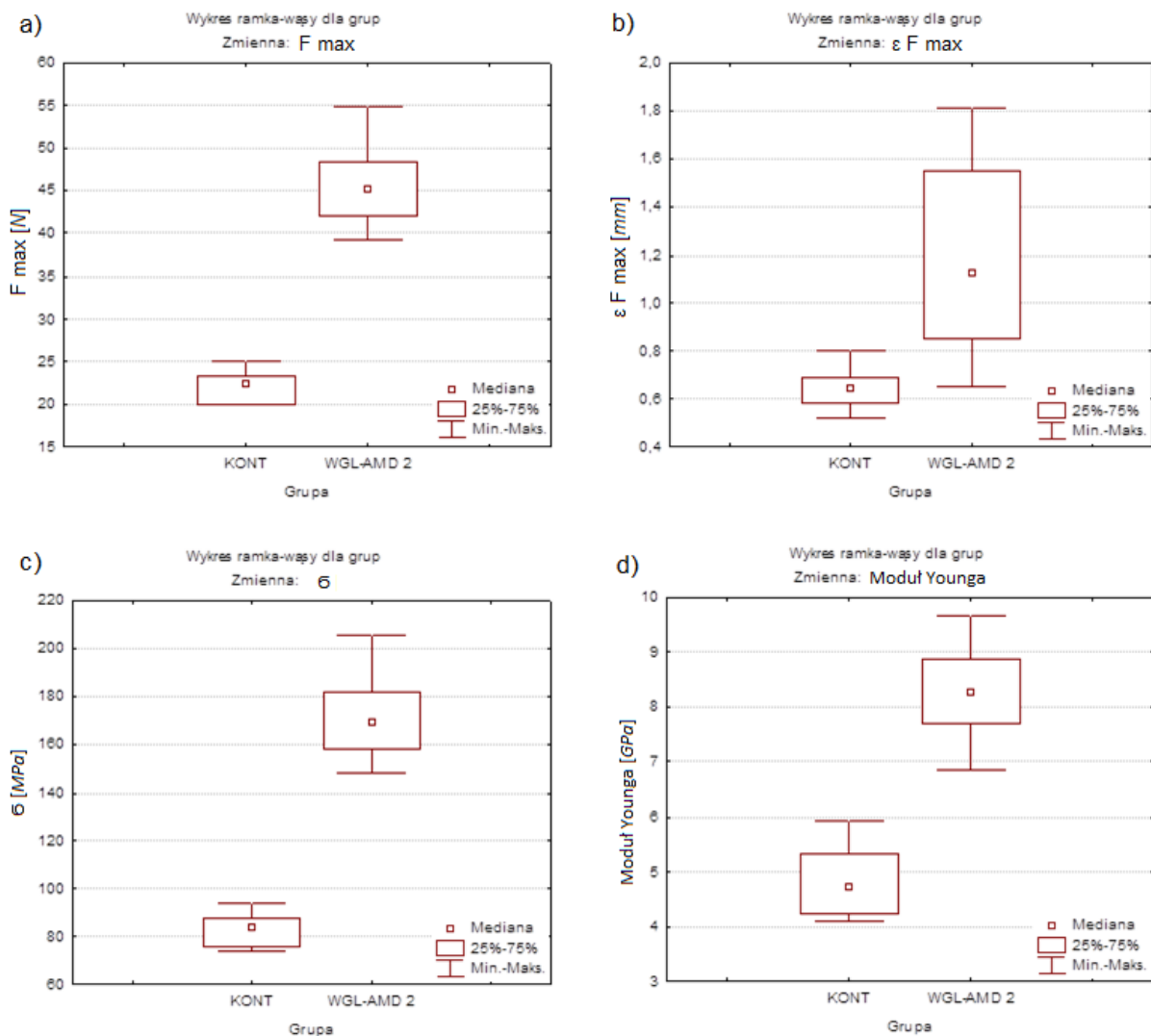
10.1.13. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą WGL-AMD 2

Różnice między grupami KONT i WGL-AMD 2 w zakresie wszystkich parametrów okazały się wysoce istotne na poziomie $p = 0,000$ (tabela XVII).

Tabela XVII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL-AMD 2 dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta) Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p < ,05000$									
	um.rang KONT	um.rang /GL-AMI 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. /GL-AMI	2*1str. dokł. p
F_{max}	55,000	155,000	0,000	-3,780	0,000	-3,780	0,000	10	10	0,000
ϵF_{max}	61,000	149,000	6,000	-3,326	0,001	-3,329	0,001	10	10	0,000
σ	55,000	155,000	0,000	-3,780	0,000	-3,780	0,000	10	10	0,000
Moduł Younga	55,000	155,000	0,000	-3,780	0,000	-3,780	0,000	10	10	0,000

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL-AMD 2 równej 45,18 N (42,07; 48,42). Przekiętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT uplasowała się na poziomie 0,65 mm (0,58; 0,69) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL-AMD 2 wynoszącej 1,13 mm (0,85; 1,55). Przekiętna wielkość parametru σ w grupie KONT osiągnęła 83,9 MPa (75,9; 87,56) i okazała się istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL-AMD 2 równej 169,42 MPa (157,77; 181,58). Przekiętna wielkość modułu Younga w grupie KONT wyniosła 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie WGL-AMD 2 równej 8,27 GPa (7,7; 8,88). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 55.



Ryc. 55. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i WGL-AMD 2 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) ϵF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

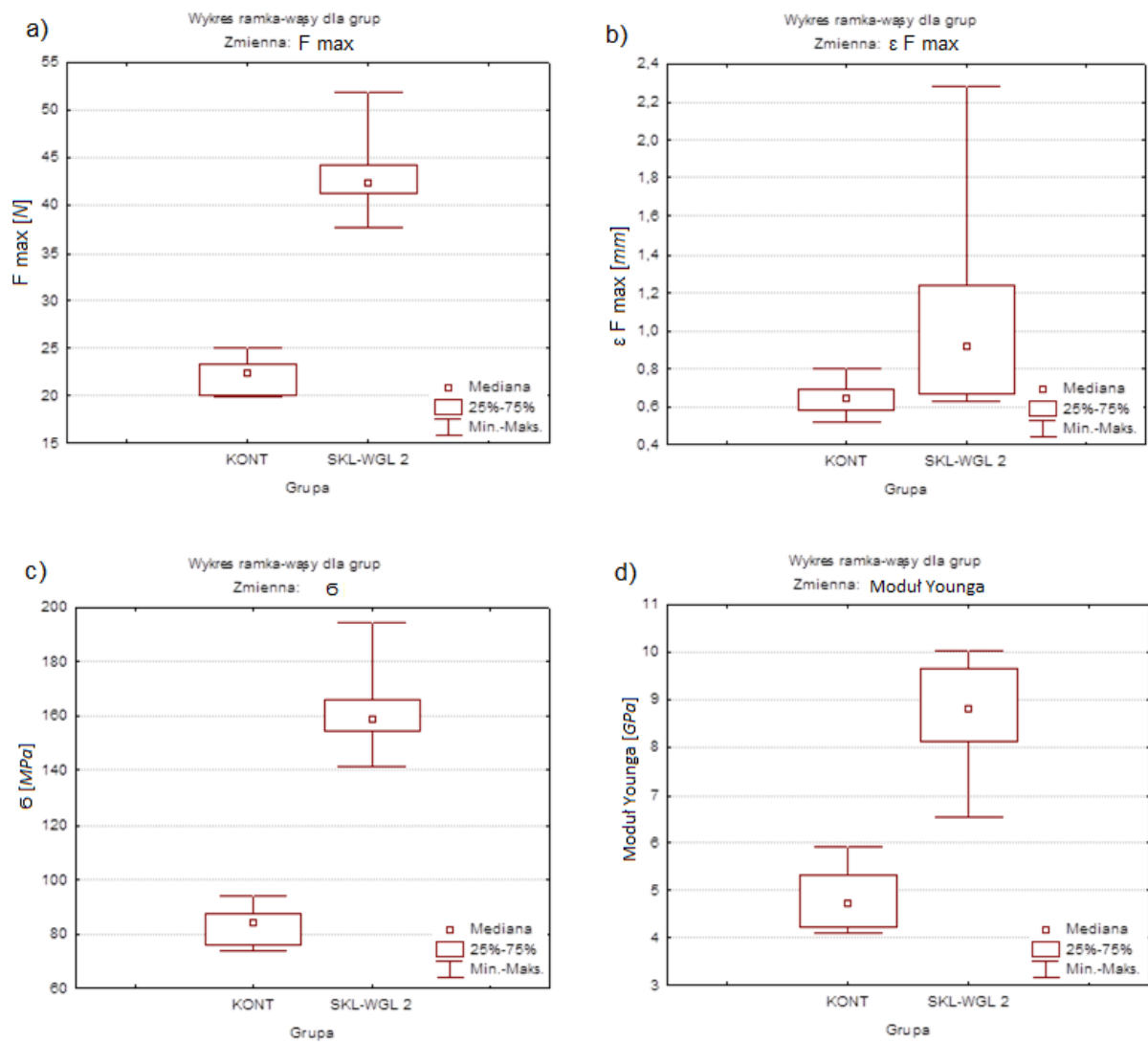
10.1.14. Badanie rozkładów między grupą KONT a grupą SKL-WGL 2

Różnice między grupami KONT i SKL-WGL 2 w zakresie wszystkich parametrów okazały się istotne na poziomie $p \leq 0,011$ (tabela XVIII).

Tabela XVIII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL-WGL 2
dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p < ,05000$									
	Sum.rang KONT	Sum.rang SKL-WGL 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. KONT	N ważn. SKL-WGL 2	2*1str. dokł. p
F max	55,00000	155,0000	0,00000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
ϵF_{max}	71,50000	138,5000	16,50000	-2,53236	0,011330	-2,53714	0,011177	10	10	0,008931
σ	55,00000	155,0000	0,00000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011
Moduł Younga	55,00000	155,0000	0,00000	-3,77964	0,000157	-3,77964	0,000157	10	10	0,000011

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie KONT wyniosła 22,36 N (20,01; 23,35) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 2 wynoszącej 42,34 N (41,19; 44,23). Przeciętna wielkość parametru ϵF_{max} w grupie KONT równa była 0,65 mm (0,58; 0,69) i okazała się istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 2 wynoszącej 0,92 mm (0,67; 1,24). Przeciętna wielkość parametru σ w grupie KONT osiągnęła 83,9 MPa (75,9; 87,56) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 2 równej 158,79 MPa (154,47; 165,87). Przeciętna wielkość modułu Younga w grupie KONT uplasowała się na poziomie 4,74 GPa (4,24; 5,33) i była istotnie mniejsza od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 2 wynoszącej 8,81 GPa (8,1; 9,64). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 56.



Ryc. 56. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL-WGL 2 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) ϵF_{max} ,
- c) σ ,
- d) moduł Younga.

10.2. Porównanie rozkładów między grupami z jednym pojedynczym pasmem włókien a grupami z dwoma pojedynczymi pasmami włókien w zakresie czterech parametrów wytrzymałościowych

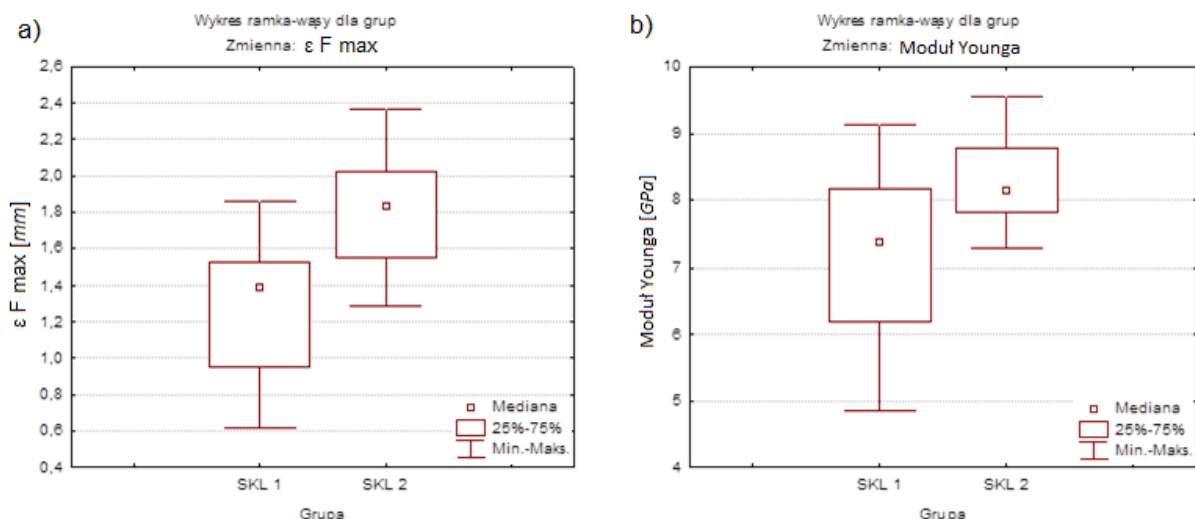
10.2.1. Porównanie rozkładów między grupą SKL 1 a grupą SKL 2

Stwierdzono różnice istotne statystycznie w rozkładzie parametru εF_{max} ($p = 0,007$) oraz modułu Younga ($p = 0,043$), (tabela XIX).

Tabela XIX. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą SKL 1 i SKL 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Sum.rang SKL 1	Sum.rang SKL 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. SKL 1	N ważn. SKL 2	2*1str. dokł. p
F max	107,0000	103,0000	48,00000	0,15119	0,879829	0,15119	0,879829	10	10	0,911797
εF_{max}	70,5000	139,5000	15,50000	-2,60795	0,009109	-2,60894	0,009083	10	10	0,006841
σ	107,0000	103,0000	48,00000	0,15119	0,879829	0,15119	0,879829	10	10	0,911797
Moduł Younga	78,0000	132,0000	23,00000	-2,04101	0,041251	-2,04101	0,041251	10	10	0,043257

Przeciętna wielkość parametru εF_{max} w grupie SKL 2 wyniosła 1,83 mm (1,56; 2,02) i była istotnie większa od przeciętnej wielkości w grupie SKL 1 równej 1,4 mm (0,95; 1,53). Przepiętna wielkość modułu Younga w grupie SKL 2 uplasowała się na poziomie 8,15 GPa (7,82; 8,78) i okazała się istotnie większa od przeciętnej wielkości w grupie SKL 1 wynoszącej 7,36 GPa (6,2; 8,17). W przypadku dwóch parametrów: F_{max} oraz σ nie stwierdzono różnic istotnych statystycznie. Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 57.



Ryc. 57. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę SKL 1 i SKL 2 dla parametrów:

- a) ϵF_{max} ,
- b) moduł Younga.

10.2.2. Porównanie rozkładów między grupą WGL 1 a grupą WGL 2

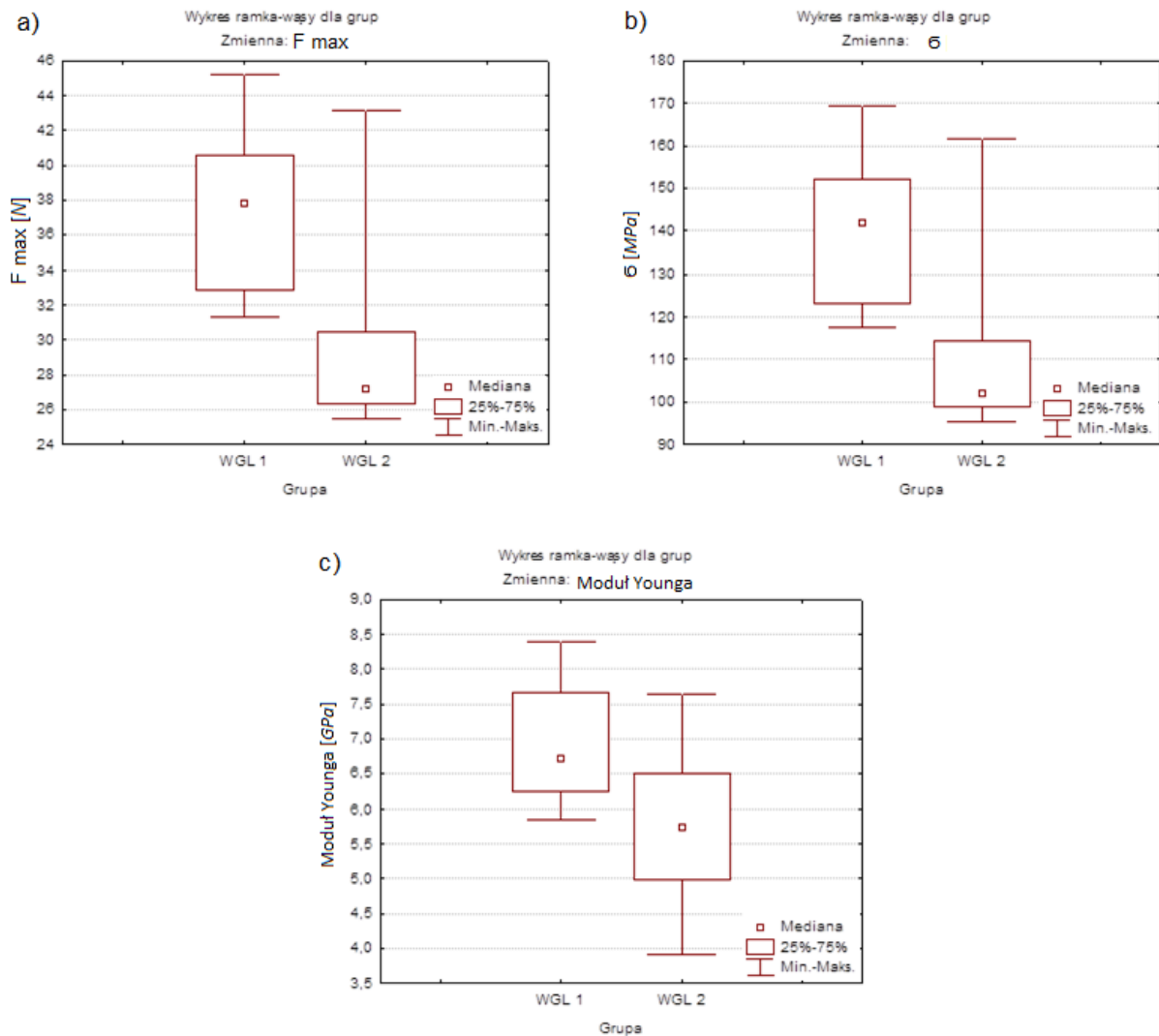
Stwierdzono różnice istotne statystycznie w rozkładzie trzech parametrów: F_{max} ($p = 0,003$), σ ($p = 0,003$) oraz modułu Younga ($p = 0,043$), (tabela XX).

Tabela XX. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą WGL 1 i WGL 2 dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Sum.rang WGL 1	Sum.rang WGL 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. WGL 1	N ważn. WGL 2	2*1str. dokł. p
F max	143,0000	67,0000	12,00000	2,872530	0,004072	2,872530	0,004072	10	10	0,002879
ϵF_{max}	105,5000	104,5000	49,50000	0,037796	0,969850	0,037839	0,969816	10	10	0,970512
σ	143,0000	67,0000	12,00000	2,872530	0,004072	2,872530	0,004072	10	10	0,002879
Moduł Younga	131,5000	78,5000	23,50000	2,003212	0,045155	2,003965	0,045075	10	10	0,043257

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie WGL 1 wyniosła 37,83 N (32,88; 40,55) i była istotnie większa od przeciętnej wielkości w grupie WGL 2 równej 27,23 N (26,33; 30,51). Przepiętna wielkość parametru σ w grupie WGL 1 osiągnęła 141,85 MPa (123,28; 152,05) i była istotnie większa od przeciętnej

wielkości w grupie WGL 2 wynoszącej 102,09 MPa (98,72; 114,4). Przeciętna wielkość modułu Younga w grupie WGL 1 uplasowała się na poziomie 6,72 GPa (6,26; 7,66) i okazała się istotnie większa od wielkości w grupie WGL 2 równej 5,74 GPa (4,98; 6,5). W przypadku parametru $\epsilon_{F_{max}}$ ($p = 0,971$) nie stwierdzono różnic istotnych statystycznie. Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 58.



Ryc. 58. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę WGL 1 i WGL 2 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) σ ,
- c) moduł Younga.

10.2.3. Porównanie rozkładów między grupą AMD 1 a grupą AMD 2

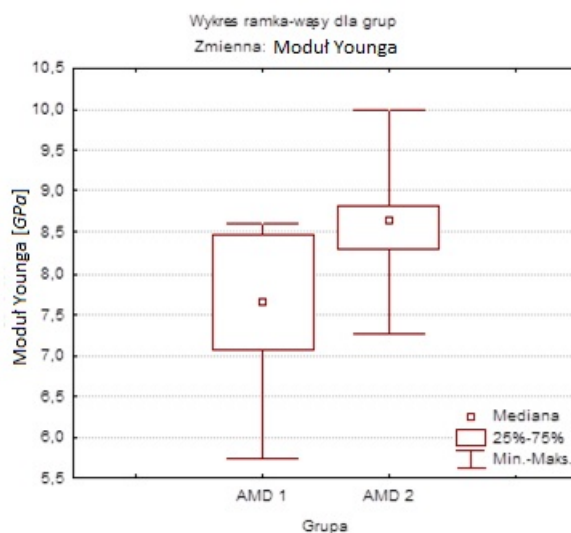
Podczas porównania rozkładów między grupą AMD 1 a grupą AMD 2 stwierdzono różnicę istotną statystycznie jedynie w rozkładzie modułu Younga ($p = 0,029$), (tabela XXI).

Tabela XXI. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą AMD 1 i AMD 2

dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Wzg.zmienn. Grupa									
Zaznaczone wyniki są istotne z $p < ,05000$										
	Sum.rang	Sum.rang	U	Z	poziom p	Z	poziom p	N ważn.	N ważn.	2*1str.
	AMD 1	AMD 2				popraw.		AMD 1	AMD 2	dokł. p
F max	96,0000	114,0000	41,00000	-0,68034	0,496292	-0,68034	0,496292	10	10	0,528849
ϵF_{max}	103,5000	106,5000	48,50000	-0,11339	0,909722	-0,11365	0,909519	10	10	0,911797
σ	100,0000	110,0000	45,00000	-0,37796	0,705457	-0,37796	0,705457	10	10	0,739364
Moduł Younga	76,5000	133,5000	21,50000	-2,15440	0,031210	-2,15521	0,031146	10	10	0,028806

Przeciętna wielkość modułu Younga w grupie AMD 2 wyniosła 8,64 GPa (8,28; 8,82) i była istotnie większa od przeciętnej wielkości w grupie AMD 1 równej 7,65 GPa (7,06; 8,46). Nie stwierdzono istotnych różnic w przypadku trzech następujących parametrów: F_{max} ($p = 0,529$), ϵF_{max} ($p = 0,912$) oraz σ ($p = 0,74$). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 59.



Ryc. 59. Ramkowy wykres obrazujący wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę AMD 1 i AMD 2 dla modułu Younga.

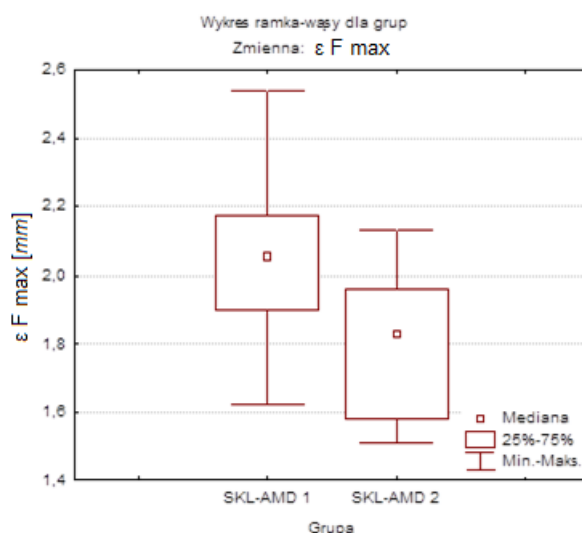
10.2.4. Porównanie rozkładów między grupą SKL-AMD 1 a grupą SKL-AMD 2

Podczas porównania rozkładów między grupą SKL-AMD 1 a grupą SKL-AMD 2 stwierdzono różnicę istotną statystycznie jedynie w rozkładzie parametru ϵF_{max} ($p = 0,043$), (tabela XXII).

Tabela XXII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą SKL-AMD 1 i SKL-AMD 2 dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual .sta)									
	Sum.rang SKL-AMD 1	Sum.rang SKL-AMD 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. SKL-AMD 1	N ważn. SKL-AMD 2	2*1str. dokł. p
F max	88,0000	122,0000	33,00000	-1,28508	0,198766	-1,28508	0,198766	10	10	0,217563
ϵF_{max}	132,0000	78,0000	23,00000	2,04101	0,041251	2,04254	0,041098	10	10	0,043257
σ	88,0000	122,0000	33,00000	-1,28508	0,198766	-1,28508	0,198766	10	10	0,217563
Moduł Younga	90,0000	120,0000	35,00000	-1,13389	0,256840	-1,13389	0,256840	10	10	0,279861

Przeciętna wielkość strzałki ugięcia w grupie SKL-AMD 1 wyniosła 2,06 mm (1,9; 2,17) i była istotnie większa od przeciętnej wielkości w grupie SKL-AMD 2 równej 1,83 mm (1,58; 1,96). Nie stwierdzono różnic istotnych statystycznie w przypadku trzech parametrów: F_{max} ($p = 0,218$), σ ($p = 0,218$) oraz modułu Younga ($p = 0,28$). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 60.



Ryc. 60. Ramkowy wykres obrazujący wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę SKL-AMD 1 i SKL-AMD 2 dla parametru ϵF_{max} .

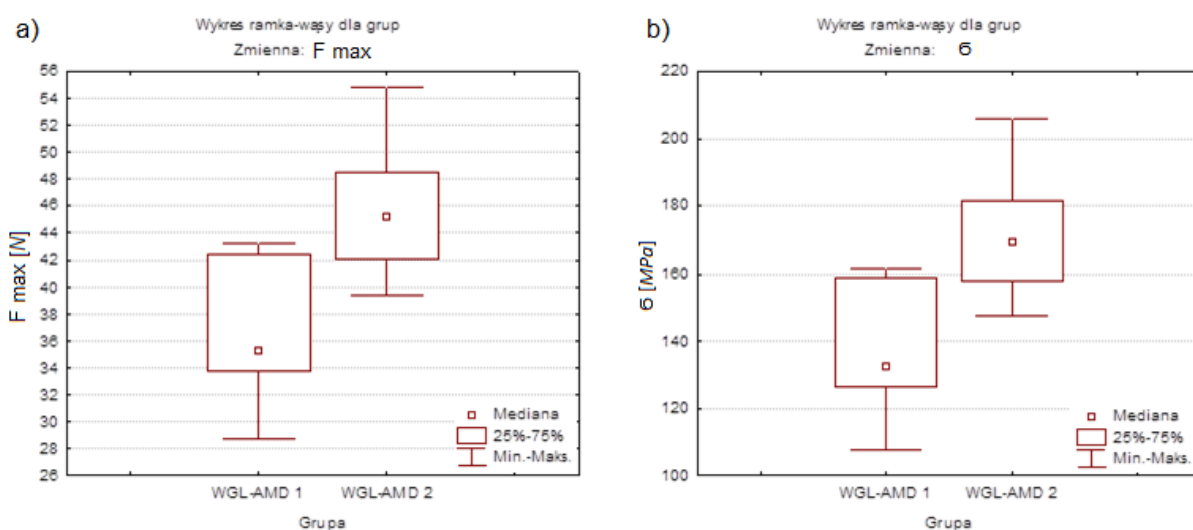
10.2.5. Porównanie rozkładów między grupą WGL-AMD 1 a grupą WGL-AMD 2

Różnice istotne statystycznie w rozkładzie zaobserwowano w przypadku dwóch parametrów: F_{max} ($p = 0,002$) oraz σ ($p = 0,002$), (tabela XXIII).

Tabela XXIII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą WGL-AMD 1 i WGL-AMD 2 dla parametrów: F_{max} , ϵF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual.sta)										
	Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p < ,05000$										
	Sum.rang WGL-AMD 1	Sum.rang WGL-AMD 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. WGL-AMD 1	N ważn. WGL-AMD 2	2*1str. dokł. p	
F_{max}	66,0000	144,0000	11,00000	-2,94812	0,003197	-2,94812	0,003197	10	10	0,002089	
ϵF_{max}	102,5000	107,5000	47,50000	-0,18898	0,850107	-0,18920	0,849940	10	10	0,853428	
σ	66,0000	144,0000	11,00000	-2,94812	0,003197	-2,94812	0,003197	10	10	0,002089	
Moduł Younga	81,0000	129,0000	26,00000	-1,81423	0,069643	-1,81423	0,069643	10	10	0,075256	

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie WGL-AMD 2 wyniosła 45,18 N (42,07; 48,42) i była istotnie większa od przeciętnej wielkości w grupie WGL-AMD 1 równej 35,31 N (33,76; 42,31). Przepiętna wielkość parametru σ w grupie WGL-AMD 2 osiągnęła 169,42 MPa (157,77; 181,58) i okazała się istotnie większa od wielkości w grupie WGL-AMD 1 wynoszącej 132,41 MPa (126,58; 158,65). Nie zaobserwowano istotnych różnic statystycznych w przypadku dwóch parametrów: ϵF_{max} ($p = 0,853$) oraz modułu Younga ($p = 0,075$). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 61.



Ryc. 61. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę WGL-AMD 1 i WGL-AMD 2 dla parametrów: a) F_{max} ; b) σ

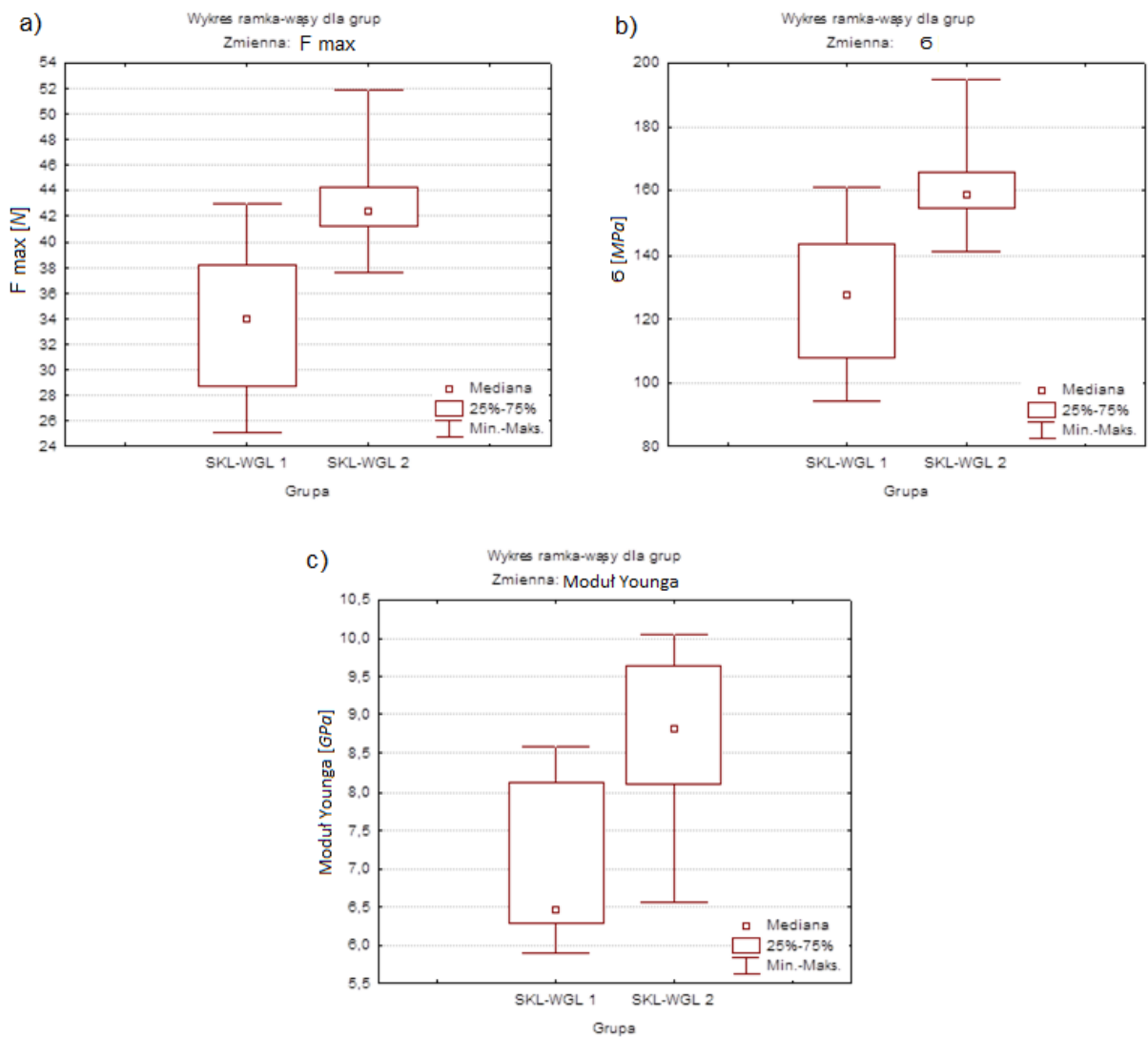
10.2.6. Porównanie rozkładów między grupą SKL-WGL 1 a grupą SKL-WGL 2

Różnice istotne statystycznie w rozkładzie zaobserwowano w przypadku trzech parametrów wytrzymałościowych: F_{max} , σ oraz modułu Younga. W każdym z powyższych parametrów poziom istotności wyniósł $p = 0,002$ (tabela XXIV).

Tabela XXIV. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą SKL-WGL 1 i SKL-WGL 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.

zmienna	Test U Manna-Whitneya (dane_aktual.sta) Wzg.zmienn. Grupa Zaznaczone wyniki są istotne z $p \leq 0,05000$									
	Sum.rang SKL-WGL 1	Sum.rang SKL-WGL 2	U	Z	poziom p	Z popraw.	poziom p	N ważn. SKL-WGL 1	N ważn. SKL-WGL 2	2*1 str. dokł. p
F_{max}	65,00000	145,0000	10,00000	-3,02372	0,002497	-3,02372	0,002497	10	10	0,001505
εF_{max}	93,50000	116,5000	38,50000	-0,86932	0,384674	-0,87030	0,384137	10	10	0,393048
σ	65,00000	145,0000	10,00000	-3,02372	0,002497	-3,02372	0,002497	10	10	0,001505
Moduł Younga	65,00000	145,0000	10,00000	-3,02372	0,002497	-3,02372	0,002497	10	10	0,001505

Przeciętna wielkość parametru F_{max} w grupie SKL-WGL 2 wyniosła 42,34 N (41,19; 44,23) i była istotnie większa od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 1 równej 34,01 N (28,73; 38,27). Przepiętna wielkość parametru σ w grupie SKL-WGL 2 osiągnęła 158,79 MPa (154,47; 165,87) i była istotnie większa od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 1 równej 127,53 MPa (107,74; 143,53). Przepiętna wielkość modułu Younga w grupie SKL-WGL 2 uplasowała się na poziomie 8,81 GPa (8,1; 9,64) i okazała się istotnie większa od przeciętnej wielkości w grupie SKL-WGL 1 wynoszącej 6,46 GPa (6,28; 8,13). Nie zaobserwowano istotnych różnic w przypadku parametru εF_{max} ($p = 0,393$). Wizualizację graficzną wyników istotnych statystycznie przedstawiono na rycinie 62.



Ryc. 62. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę SKL-WGL 1 i SKL-WGL 2 dla parametrów:

- a) F_{max} ,
- b) σ ,
- c) moduł Younga.

11. Dyskusja

Rozwój inżynierii materiałowej oraz potrzeba poszukiwania nowych materiałów doprowadziły do powstania grupy tworzyw określanych jako materiał złożony (kompozyt) wzmocniony włóknami – FRC (ang. *Fiber-Reinforced Composite*). Ogromny sukces jaki kompozyty zbrojone włóknami sztucznymi odniosły w przemyśle, przyczynił się do postępu dokonującego się w inżynierii biomedycznej. Badania biomateriałów przeprowadzane w warunkach laboratoryjnych w celu ustalenia optymalnych protokołów postępowania klinicznego są szczególnie ważne w początkowych etapach rozważań wdrożeniowych (42). W niniejszej dysertacji przeprowadzone badania wytrzymałościowe zaprojektowano i przeprowadzono w taki sposób, aby warunki mechaniczne były jak najbardziej zbliżone do biomechaniki układu stomatognatycznego. Badania mechaniczne poszerzone o analizę mikroskopową dają możliwość dogłębnego poznania efektów zachodzących wewnątrz materiału złożonego wzmocnionego włóknami oraz umożliwiają obserwację degradacji mechanicznych w zależności od przyłożonej siły, a uzyskane wyniki mogą mieć wpływ na modyfikację lub odstąpienie od dalszych badań przed ewentualnym przejściem do etapu eksperymentów klinicznych. Jak zaznaczają liczni autorzy końcowa ocena materiałów oraz protokołów postępowania powinna nastąpić po przeprowadzeniu szeregu badań *in vitro*, *in vivo* oraz po optymalnie długoczasowych obserwacjach klinicznych (67, 104, 129, 131, 135, 139).

Wszystkie próbki w grupie badanej w zawierające jedno pojedyncze lub dwa pojedyncze pasma włókien sztucznych jako wzmocnienie, spełniały warunek o minimalnych wartościach granicznych wytrzymałości na zginanie zdefiniowany w normie PN-EN ISO 4049:2019-07 (44), mówiący o tym, że powinny osiągnąć minimum 80 oraz 50 MPa dla materiałów przeznaczonych odpowiednio do odbudowy powierzchni zgryzowych zęba oraz powierzchni pozostałych. Norma ta nie określa jednak minimalnych wartości jakie muszą spełniać materiały złożone w zakresie pozostałych parametrów wytrzymałościowych, takich jak: maksymalna siła zginająca, strzałka ugięcia oraz moduł Younga. W ocenie przydatności kompozytu do określonego zastosowania istotną rolę odgrywa wytrzymałość na zginanie i moduł Younga, gdzie pierwszy z tych parametrów określa zdolność materiału do przenoszenia obciążenia niszczącego, drugi natomiast

jest odpowiedzialny za sztywność, dlatego też zdecydowano o włączeniu ich do analizy porównawczej. W przedstawianej pracy najwyższe wartości w zakresie czterech badanych parametrów wytrzymałościowych wśród próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien uzyskała grupa AMD 1. Próbki z grupy AMD 1 charakteryzowały się maksymalną siłą zginającą na poziomie 63 N, co w porównaniu do grupy KONT przewyższyło jej wartość trzykrotnie. Obecność pojedynczego pasma włókien aramidowych spowodowało trzykrotny wzrost ugięcia, przy jednoczesnym wzroście modułu Younga o ponad 140%. Co ważne, w porównaniu do grupy KONT, próbki AMD 1 były ponad 280% bardziej wytrzymałe na zginanie. Gorsze rezultaty uzyskały próbki z grup SKL-AMD 1 oraz SKL 1. Najmniejszy wpływ na poprawę czterech badanych parametrów wytrzymałościowych wykazały próbki WGL 1, WGL-AMD 1 oraz SKL-WGL 1, a osiągnięte wartości badanych parametrów były na podobnym poziomie. Wobec powyższego warto zauważyć, że wśród próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem włókien, najniższe wartości uzyskały te, które zawierały same włókna węglowe lub hybrydy włókien węglowych oraz aramidowych lub szklanych. Analizując wyniki przeprowadzonych badań wytrzymałościowych stwierdzono, że zastosowanie jednego pojedynczego pasma włókien węglowych w wykonawstwie uzupełnień protetycznych nie poprawiało wyników parametrów mechanicznych materiału FRC, co jest zgodne z wynikami badań *Tsenga* i wsp. (158)

W przedstawianej pracy, poddając analizie uzyskane wyniki badań wśród próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien zauważono wiele analogii do rezultatów osiągniętych w badaniach próbek z obecnością jednego pojedynczego pasma włókien, co również zgadzało się z wynikami innych autorów (50, 51, 60, 88). W badaniach własnych najbardziej wytrzymałe na zginanie okazały się próbki z grup AMD 2 i SKL-AMD 2. Wzmocnienie dwoma pojedynczymi pasmami włókien aramidowych lub hybrydy szklano-aramidowej poprawiło wytrzymałość na zginanie blisko trzykrotnie, natomiast wartość maksymalnej siły zginającej wzrosła o około 40 N. Najmniej wytrzymałe na zginanie przy jednocześnie najniższych wartościach maksymalnej siły zginającej okazały się próbki z grupy WGL 2. Prawie dwukrotnie większą w stosunku do grupy KONT wartość modułu Younga, a tym samym najbardziej sztywne okazały się próbki z grup: SKL 2, AMD 2, WGL-AMD 2, SKL-WGL 2. Próbki te osiągnęły wartość

modułu Younga powyżej 8 GPa. Z klinicznego punktu widzenia odpowiednio duża sztywność materiału odgrywa istotną rolę podczas wykonawstwa wkładów koronowo-korzeniowych lub mostów. W ujęciu właściwości mechanicznych samego wkładu koronowo-korzeniowego liczni badacze udowodnili, że sztywniejsze wkłady mogą zapewnić lepsze wsparcie dla korony, a nawet korzystniejszą koncentrację i dystrybucję sił, jednak przy przeciążeniu skutki mogą być nieodwracalne, ponieważ dochodzi do złamania korzenia (2, 50, 172). Wkłady elastyczne uginają się pod wpływem przeciążenia i co najwyżej może wtedy dojść do zniszczenia uzupełnienia, podczas gdy korzeń pozostaje nieuszkodzony i możliwe jest powtórne leczenie z jego wykorzystaniem. Z drugiej strony, to że wkład ugina się pod wpływem obciążeń może skutkować uszkodzeniem odbudowy, co często wiąże się z odcementowaniem. W przypadku częściowego odcementowania dochodzić może do mikroprzecieku bakteryjnego, mogącego spowodować infekcje tkanek okołowierzchołkowych lub próchnicę (2, 39, 50, 89, 104). Również, rozważając biomechanikę mostów protetycznych należy zwrócić uwagę na fakt, iż długie przęsło mostu powoduje nie tylko większe obciążenie włókien ozębnowych filarów, ale także wykazuje mniejszą sztywność mechaniczną. Dodatkowo długie przęsło mostu jest poddawane siłom wyważającym i skręcającym powstającym na przęsłach tworzących ramię dźwigni względem linii międzyfilarowej (51, 107).

W badaniach własnych, jako fazę wzmacniającą oprócz pasm włókien jednego rodzaju, tj.: szklanych, węglowych lub aramidowych, stworzono hybrydy, złożone z dwóch rodzajów włókien w stosunku wagowym 1:1. Otrzymano w ten sposób trzy rodzaje hybryd: szklano-aramidową, szklano-węglową oraz węglowo-aramidową. Dotychczas, w stomatologii hybrydy włókien sztucznych stanowiące fazę wzmacniającą w FRC były stosowane sporadycznie, a próby ich użycia skupiały się głównie na wkładach koronowo-korzeniowych (2, 39, 151). W literaturze przedmiotu istnieje niewiele opublikowanych prac na ten temat. W niniejszej dysertacji głównym powodem stworzenia oraz zastosowania hybryd włókien było zaprojektowanie FRC, który wykorzystywałby zalety poszczególnych składników wzmocnienia hybrydowego tak, by zrekompensować ich wady. Włókna szklane, węglowe i aramidowe różnią się od siebie pod wieloma względami. Wartość modułu Younga włókien węglowych jest znacznie wyższa aniżeli włókien szklanych oraz aramidowych, co teoretycznie powinno wpływać na wyższe wartości tego parametru materiałów kompozytowych wzmacnianych włóknami węglowymi.

Z kolei główną zaletą włókien aramidowych jest niska gęstość oraz niski współczynnik rozszerzalności cieplnej, co ma znaczenie dla trwałości połączeń adhezyjnych na granicach międzyfazowych. Należy zaznaczyć, że włókna szklane, ze względu na obecność wiązań kowalencyjnych są kruche i podczas rozciągania nie wykazują zakresu plastycznego. Zatem rozpatrując właściwości mechaniczne samych włókien należałoby spodziewać się prostego przełożenia na poprawę właściwości mechanicznych kompozytów wzmocnionych poszczególnymi rodzajami włókien. Analizując uzyskane w niniejszej pracy wyniki zaobserwowano wiele zależności. Próbkę grupy SKL-WGL 2 osiągnęły najwyższą przeciętną wartość modułu Younga spośród wszystkich badanych próbek, a tym samym okazały się najszybsze. Wobec powyższego wzmocniając kompozyt dwoma pojedynczymi pasmami hybrydy szklano-węglowej uzyskano wynik wyższy w porównaniu do próbek wzmocnionych tymi samymi włóknami zastosowanymi osobno (SKL 2 i WGL 2). Próbkę grupy SKL-WGL 1 osiągnęły niższą przeciętną wartość modułu Younga niż próbki SKL 1 i WGL 1, czyli jedno pojedyncze pasmo hybrydy szklano-węglowej pogorszyło wynik tego parametru w porównaniu do próbek wzmocnionych tymi samymi włóknami zastosowanymi osobno (SKL1 i WGL 1). Poddając analizie wyniki przeciętnych wartości modułu Younga oraz wytrzymałości na zginanie próbek z grup SKL-AMD 1 zauważono, że uzyskały one przeciętną wartość tych dwóch parametrów na tzw. poziomie pośrednim pomiędzy przeciętnymi wartościami próbek SKL 1 i AMD 1. Istotny jest fakt, że próbki wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami hybryd (SKL-AMD 2, WGL-AMD 2, SKL-WGL 2) uzyskały wyższe przeciętne wartości w zakresie trzech parametrów wytrzymałościowych: maksymalnej siły zginającej, wytrzymałości na zginanie oraz modułu Younga w porównaniu do próbek wzmocnionych jednym pojedynczym pasmem hybryd (SKL-AMD 1, WGL-AMD 1, SKL-WGL 1).

Właściwości warunkujące wytrzymałościowe parametry konstrukcyjne, pozwalające na ich racjonalne, kliniczne wykorzystanie, są określone wieloma czynnikami. Wytrzymałość mechaniczna nie jest determinowana jedynie przez sumę czy wartość średnią poszczególnych właściwości mechanicznych jego składników, to jest macierzy i włókna. W szczególności są to rodzaj i ilość spajającej macierzy organicznej oraz cechy geometryczne włókna, takie jak średnica, długość i sposób jego rozmieszczenia w materiale. Ważną rolę odgrywa również kolor oraz skład chemiczny włókien.

Średnica włókien stosowanych w celu wzmocnienia materiałów złożonych ma istotny wpływ na możliwość ich zginania. Minimalny promień zginania, poniżej którego następuje uszkodzenie włókna, zależy od jego modułu Younga oraz wytrzymałości na rozciąganie. Wytrzymałość włókien na rozciąganie gwałtownie wzrasta, gdy ich średnica jest mniejsza niż 15 μm (90). Zastosowane w badaniach własnych włókna szklane, węglowe oraz aramidowe spełniały zadany warunek dotyczący optymalnej średnicy włókna elementarnego mieszczący się w przedziale od 10 do 16 μm . Wielu badaczy wykazało, że wraz ze wzrostem średnicy włókien wzrasta prawdopodobieństwo wystąpienia wad powierzchniowych, takich jak mikropęknięcia lub uskoki, które osłabiają strukturę włókna elementarnego, a skumulowane deformacje obniżają parametry wytrzymałościowe całej wiązki włókien (16, 50, 51, 66). Jak podkreślają *Boczkowska* i wsp. (26, 27) przekrój elementarnego włókna węglowego niekoniecznie musi być kołowy, w przeciwieństwie do regularnego, okrągłego przekroju elementarnych włókien szklanych oraz aramidowych. Średnica włókien ma również istotny wpływ na osiągnięcie dobrej adhezji włókien i organicznej matrycy. Liczne badania potwierdzają, że im większa średnica włókien elementarnych, tym mniejsza powierzchnia połączenia włókien z osnową, a tym samym gorsza adhezja pomiędzy tymi dwoma materiałami (34, 90, 92, 130). W związku z powyższym w pracy własnej zastosowano włókna o zalecanej średnicy.

Aby włókna mogły przenosić naprężenia z matrycy powinny mieć wystarczającą długość, która jest równa lub większa od tzw. krytycznej długości włókna (117). Krytyczna długość włókna definiowana jest jako minimalna długość (dla danej średnicy), przy której zniszczenie kompozytu następuje wskutek pęknięcia rozciąganego włókna, a nie przez ścinanie na granicy włókna i osnowy. Długość ta jest wyznaczana na podstawie warunku równowagi sił we włóknie. Siłami tymi są: siła rozciągająca we włóknie i siła styczna na granicy włókno-osnowa. Naprężenie normalne rozciągające ma największą wartość w części środkowej włókna, a zerową na jego końcach. Naprężenie styczne odwrotnie, największe wartości osiąga na końcach włókna i przy długim włóknie w części środkowej spada do zera. Taki rozkład naprężeń, uzyskany metodami analitycznymi, został potwierdzony doświadczalnie przez licznych badaczy, przy zastosowaniu elastooptyki i spektroskopii laserowej (116, 121, 158). Oszacowano, że minimalna

długość elementarnych włókien sztucznych stosowanych w celu wzmocnienia materiału kompozytowego na bazie Bis-GMA mieści się w przedziale 0,75 – 0,9 mm (102, 144, 161, 170). Jak potwierdziły badania *Ozgül'a* i wsp. (119) słaba przyczepność pomiędzy włóknami a matrycą organiczną może być kompensowana przez zwiększenie długości włókien. Zastosowane w badaniach własnych włókna spełniały warunek tzw. krytycznej długości włókna. Długość ich wynosiła 25 mm, co odpowiadało długości próbki.

Niezwykle istotna jest również zawartość procentowa włókien w FRC. W literaturze przedmiotu liczni autorzy proponują różną zawartość procentową włókien, a przedział wartości waha się od 0,5 do nawet 90 % wag. (36, 78, 161). *Karacaer* i wsp. (77) stwierdzili, że największą wytrzymałość oraz odporność za zużycie uzyskują kompozyty stomatologiczne, w których zawartość włókien wynosi od 2,0 do 7,6% wag. Udowodnili, że duża zawartość procentowa włókien sztucznych zastosowana jako wzmocnienie w materiale złożonym nie jest korzystna. Powyżej 7,6% wag. powoduje powstawanie skupisk włókien niepołączonych z matrycą, co skutkuje gorszą polimeryzacją i dodatkowo może osłabiać strukturę FRC. W badaniach własnych próbki wzmocnione jednym pojedynczym lub dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych zawierały odpowiednio 2% wag. oraz 4% wag. Porównując wyniki parametrów wytrzymałościowych próbek wzmocnionych pojedynczym pasmem włókien do próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien można stwierdzić, że zawartość włókien w próbce ma wpływ na wszystkie badane parametry wytrzymałościowe, ale w największym stopniu oddziałuje na moduł Younga. Większa zawartość włókien spowodowała istotny wzrost modułu Younga, a tym samym znaczne zwiększenie sztywności próbek wzmocnionych włóknami szklanymi, aramidowymi oraz hybrydą szklano-węglową. Analizując wyniki badań zaobserwowano, że największa różnica przeciętnych wartości modułu Younga wystąpiła w przypadku hybrydy szklano-węglowej, ponieważ wzrost zawartości z 2% wag. do 4% wag. spowodował wzrost modułu Younga o 2,35 GPa, a to wpłynęło na wzrost sztywności próbki o niemal 40%.

Włókna w matrycy kompozytowej mogą występować w różnych położeniach (50, 76, 143, 155, 156). Ułożenie włókien będzie różniło się w zależności od tego, na jak przyłożone siły ma być wytrzymały FRC. Włókna mogą być zorientowane losowo (zazwyczaj są to włókna krótkie o długości

kilkunastu mikrometrów), wówczas wykazują właściwości izotropowe, tj. takie same właściwości mechaniczne we wszystkich kierunkach, natomiast włókna długie (zazwyczaj włókna o długości kilkunastu milimetrów) o orientacji podłużnej tworzą jednokierunkowe laminaty, które zapewniają efekt anizotropowy tj. mają różne właściwości mechaniczne w innych kierunkach. Wówczas FRC wzmocniony pasmem włókien długich o orientacji podłużnej osiąga najwyższe wartości wytrzymałości oraz sztywności, ale tylko w jednym kierunku. Trzeci rodzaj orientacji włókien to ułożenie dwukierunkowe (połączenie włókien krótkich i długich w postaci tkanin włóknistych lub tekstylnych), które zapewnia efekt ortotropowy, tj. takie same właściwości w dwóch kierunkach z różnymi właściwościami w trzecim – ortogonalnym kierunku. *Krenchel* (85) wykazał związek pomiędzy orientacją włókien, a nośnością wzmocnienia w FRC. Współczynnik *Krenchela* mieści się w przedziale wartości od 0 do 1 i określa skuteczność wzmocnienia. Jeśli włókna zorientowane są w sposób ciągły jednokierunkowy, to FRC osiągnie współczynnik *Krenchela* równy 1, czyli skuteczność wzmocnienia wyniesie 100%, ale jak potwierdza *Murphy* tylko w jednym kierunku (112). Dwukierunkowe ułożenie włókien ma skuteczność wzmocnienia 50% (współczynnik *Krenchela* równy 0,5) i jest równa w dwóch kierunkach. Losowo rozmieszczone włókna krótkie zapewniają współczynnik *Krenchela* na poziomie 0,38 w dwóch wymiarach i 0,2 w trzech wymiarach. W badaniach własnych we wszystkich próbkach w grupie badanej zastosowano pasma włókien ułożone jednokierunkowo, tak aby współczynnik *Krenchela* był bliski 1 i w ten sposób osiągnąć najwyższą możliwą skuteczność wzmocnienia w statycznej próbie zginania trójpunktowego. Warto również podkreślić, że wybór odpowiedniej lokalizacji warstwy wzmacniającej był poparty wstępnymi badaniami własnymi przeprowadzonymi zarówno w odniesieniu do kompozytu, jak i metakrylanu metylu (20-23).

Wytyczne zawarte w normie PN-EN ISO 4049:2019-07 (44) jasno określają zasady prowadzenia badań wytrzymałościowych stomatologicznych materiałów polimerowych. Wybrane parametry wytrzymałościowe są badane przy użyciu testu na zginanie trójpunktowe. Liczni badacze potwierdzają, że jest to powszechnie stosowana metoda badań kompozytów stomatologicznych i w warunkach laboratoryjnych stanowi zbliżony układ sił, analogiczny do tych, które działają na stałe uzupełnienia protetyczne uzupełniające braki zębowe w układzie stomatognatycznym (118, 147, 154, 163, 169). Analizując rozkład sił działających

na prostą belkę o przekroju kwadratowym poddanej statycznej próbie zginania, można podzielić ją na trzy strefy. Od strony wierzchniej próbki, czyli na powierzchni do której przyłożony jest trzpień obciążający, występuje strefa kompresji. W tej strefie występuje kumulacja sił ściskających. Po stronie przeciwnej występuje strefa rozciągania, w której następuje kumulacja sił rozciągających. Po środku próbki, pomiędzy strefą kompresji a strefą rozciągania występuje tzw. oś neutralna, w której równoważą się siły ściskające i rozciągające (41). Opisany rozkład sił działających na próbkę podczas zginania ma ogromne znaczenie przy projektowaniu ułożenia włókien w FRC. *Dyer* i wsp. (50) badali różne warianty ułożenia jednokierunkowych pasm włókien długich w materiałach złożonych i uzyskali wyniki, które potwierdziły, że włókna, aby przenosiły maksymalne obciążenia powinny być zlokalizowane w strefie rozciągania, czyli na spodniej stronie próbki, co w warunkach jamy ustnej będzie odpowiadało stronie dośluzówkowej uzupełnienia protetycznego. Z kolei *Dos Santos* i wsp. (49) sugerują, że pasmo włókien w FRC powinno być umieszczone w centrum próbki, czyli w okolicy występowania osi neutralnej. Wobec powyższego, w badaniach własnych jedno pojedyncze pasmo włókien umieszczano w strefie rozciągania, natomiast w przypadku próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien pierwsze pasmo umieszczano w strefie rozciągania, a drugie pasmo włókien po środku próbki w okolicy osi neutralnej. Jak udowodniono, druga wiązka zlokalizowana po środku próbki nie zawsze istotnie poprawiła parametry wytrzymałościowe. Jedynie w przypadku próbek z grupy WGL-AMD 2 oraz SKL-WGL 2 obecność drugiego pasma włókien istotnie poprawiła wytrzymałość na zginanie. Dla próbek z grup SKL 2, AMD 2 oraz SKL-AMD 2 wzmocnienie drugim pasmem nie wpłynęło istotnie na zwiększenie wytrzymałości na zginanie. Co ciekawe, obecność drugiego pasma włókien węglowych w grupie WGL 2 w istotny sposób obniżyła wytrzymałość na zginanie, pogarszając również wyniki maksymalnej siły zginającej oraz strzałki ugięcia. Wyniki badań własnych potwierdzają wyniki uzyskane przez *Shi* i *Fok* (148). Aby FRC był jak najbardziej wytrzymały na zginanie, wiązkę włókien należy układać w okolicy dośluzówkowej uzupełnień protetycznych. Jest to kluczowa lokalizacja pasma włókien, która w największym stopniu determinuje możliwości przenoszenia dużych obciążeń zgryzowych działających w układzie stomatognatycznym.

Włókna stanowiące fazę wzmacniającą w kompozytach FRC,

aby mogły skutecznie przenosić obciążenia, muszą być odpowiednio połączone z materiałem złożonym. Aby poprawić adhezję włókien do materiału złożonego często modyfikuje się ich powierzchnię. Jak zaznaczają liczni autorzy, jest to konieczne przy stosowaniu m. in. włókien szklanych, węglowych, aramidowych, polietylenowych i innych (34, 130). Powierzchnię włókien można modyfikować poddając ją obróbce utleniającej oraz dodatkowo stosując specjalne systemy łączące (40, 52, 139, 159). Użyte w badaniach włókna szklane, węglowe i aramidowe ze względu na niepolarny i neutralny charakter powierzchni są źle zwilżane przez osnowę polimerową. Zgodnie z zaleceniami wielu badaczy, w badaniach własnych w celu polepszenia adhezji powierzchnię włókien poddano obróbce utleniającej, umieszczając je w wodzie utlenionej (11, 115). Miało to na celu uzyskanie aktywacji powierzchni w skutek wbudowania się aktywnych grup funkcyjnych hydroksylowych $-OH$, karboksylowych $-COOH$ lub karbonylowych $-CO$, które znacząco poprawiają wytrzymałość połączenia. Większe znaczenie dla poprawy adhezji ma duża liczba powstających słabych wiązań, niż duża energia nielicznych wiązań oraz sposób ich rozmieszczenia wzdłuż makrocząsteczki. Po przeprowadzonym procesie utlenienia powierzchni włókien należy zastosować system łączący (122), pamiętając że producenci kompozytów stomatologicznych zalecają stosowanie kompatybilnych systemów łączących. W badaniach własnych zastosowano system łączący G-Bond zalecany przez producenta i kompatybilny z użytym kompozytem Gradia Direct. *Raszewski i Nowakowska* wskazują, że bardzo często do przesączania włókien używane są różnego typu systemy łączące, niejednokrotnie niezgodnie z zaleceniami producenta (130). Wiele systemów łączących ma w swoim składzie wodę oraz aceton lub etanol. O ile jednak aceton i etanol, zmniejszając lepkość żywic metakrylanowych używanych w systemach łączących, ułatwiają ich przesączanie przez tkanki zęba lub włókna, woda może jednak przeszkadzać w procesie impregnacji włókien. Jak wskazują liczne badania, bardzo istotne jest właściwe przygotowanie, a następnie połączenie włókien z kompozytem ponieważ to warstwa graniczna włókno-osnowa okazuje się być kluczowa, aby FRC osiągnął korzystne wyniki parametrów wytrzymałościowych (6, 13, 47, 62, 168).

Środowisko jamy ustnej stanowi duży problem dla materiałów złożonych ze względu na nasiąkliwość oraz dostawanie się różnych substancji do wnętrza materiałów FRC. Razem ze śliną absorbowane są substancje mniej rozpuszczalne,

np.: histatyny, cystatyny, stateryna, sekrecyjna IgA oraz białka bogate w prolinę i składniki pokarmu takie jak węglowodany, białka, tłuszcze i błonnik, a także bakterie i grzyby. Warto zaznaczyć, że problemy narastają, gdy podczas użytkowania uzupełnienia protetycznego wykonanego z materiału FRC powstaną pęknięcia matrycy umożliwiając w ten sposób bezpośredni kontakt włókien obecnych wewnątrz materiału ze środowiskiem jamy ustnej. Powoduje to degradacje chemiczne włókien doprowadzając do osłabienia struktury uzupełnienia wykonanego z FRC (1, 8, 19). Klinicznie implikuje to konieczność unikania bezpośredniego kontaktu włókien ze środowiskiem jamy ustnej poprzez umieszczanie ich wewnątrz materiału kompozytowego. Również skład chemiczny włókien sztucznych ma bezpośredni wpływ na ich właściwości fizyczne oraz mechaniczne. Zawartość pierwiastków chemicznych oraz budowa włókien szklanych, węglowych i aramidowych zastosowanych w badaniach własnych znacznie różnią się między sobą. Liczne badania wskazują, że związki chemiczne wchodzące w skład włókien szklanych są czynnikami krytycznymi mającymi wpływ na stabilność hydrolityczną włókien. Tlenek boru (III) (B_2O_3) może reagować w jamie ustnej z jonami fluoru oraz ze śliną powodując jego wypłukiwanie, co skutkuje częściowym rozpadem włókien szklanych i ma to negatywny wpływ na wytrzymałość włókien szklanych (99, 108). Problem okazuje się dość istotny, ponieważ w stomatologii wykorzystuje się głównie włókna szklane typu E, które zawierają nawet do 9% wagowych tlenku boru (III), (83). Obecnie, aby spowolnić degradację włókien szklanych w środowisku jamy ustnej stosuje się impregnację żywicami, które dodatkowo poprawiają adhezję włókien do macierzy organicznej. Włókna węglowe oraz aramidowe nie ulegają korozji wodnej, są odporne na działanie pleśni i procesy gnilne. Ich degradacja w środowisku jamy ustnej jest minimalna (19). W związku z powyższym ważne wydaje się zabezpieczenie FRC stosowanego w odbudowie zębów materiałem kompozytowym, w taki sposób aby nie dochodziło do kontaktu ze śliną.

Włókna sztuczne, którymi wzmacnia się materiały złożone różnią się między sobą kolorem. Włókna szklane są przezroczyste, włókna węglowe są czarne, natomiast włókna aramidowe naturalnie mają kolor jasnożółty, jak również dostępne są w wielu innych kolorach tj: jasnobrązowe, pomarańczowe, czerwone, zielone, niebieskie lub czarne. Ze względów estetycznych w stomatologii najchętniej wybierane są włókna szklane, ponieważ nie zaburzają one barwy

oraz przezierności kompozytu (81). Jasnożółty kolor włókien aramidowych również nie pogarsza walorów estetycznych materiału kompozytowego, co zaobserwowano w badaniach własnych. Włókna węglowe ze względu na czarny kolor wpływają negatywnie na kolor FRC, co zniechęca lub w ogóle dyskwalifikuje użycie tych włókien do wzmacniania materiałów złożonych w stomatologii. Aby włókna węglowe mogły być szerzej stosowane, należałoby użyć materiałów maskujących czarny kolor. Jak udowodniło wielu badaczy kolor włókien ma wpływ nie tylko na estetykę, ale również oddziałuje na wiele innych czynników, takich jak: głębokość fotopolimeryzacji, stopień konwersji monomeru, naprężenie skurczowe, mikrotwardość oraz cytotoksyczność. Włókna szklane, pomimo tego że są przezroczyste, mogą mieć negatywny wpływ na przebieg procesu fotopolimeryzacji FRC (45). *Lassila* i wsp. (88, 89) badając efekt wzmocnienia próbek kompozytowych włóknem szklanym zaobserwowali niższy stopień ich spolimeryzowania w stosunku do materiałów niewzmocnionych przy tym samym czasie naświetlania. Wielu innych badaczy potwierdziło w swych badaniach pogorszenie efektu procesu fotopolimeryzacji, a tym samym mniejszy stopień konwersji monomeru i obniżenie mikrotwardości kompozytów stomatologicznych wzmocnionych włóknami węglowymi i aramidowymi (12, 15). *Nan-Chieh* i wsp. (114) udowodnili, że aby zminimalizować negatywny wpływ niecałkowitej polimeryzacji wynikającej z obecności włókien wewnątrz kompozytu należy wydłużyć czas polimeryzacji oraz jeżeli to możliwe polimeryzację przeprowadzać kilkakrotnie z różnych stron. Dlatego też, w badaniach własnych wydłużono czas polimeryzacji z 24 sekund (zalecanych przez producenta kompozytu) do 50 sekund w celu całkowitego utwardzenia próbek i spolimeryzowania żywicy, która znajdowała się pomiędzy włóknami. Dodatkowo każdą próbkę polimeryzowano z czterech stron i zgodnie z normą PN-EN ISO 4049:2019-07 (44) proces polimeryzacji przeprowadzano zgodnie z zaleconą sekwencją naświetlań. Warto zaznaczyć, że w warunkach klinicznych wykonując uzupełnienia protetyczne metodą pośrednią w pracowni protetycznej proces polimeryzacji jest pod pełną kontrolą ponieważ uzupełnienie polimeryzowane jest przy użyciu lamp laboratoryjnych, co umożliwia polimeryzację z każdej strony jednocześnie.

W badaniach własnych wszystkie próbki wykonano metodą ręczną, inaczej nazywaną kontaktową. Polega ona na naprzemiennym układaniu kompozytu oraz warstw zbrojenia, tworząc w ten sposób wielowarstwowy laminat.

Metoda ręczna jest z powodzeniem stosowana zarówno przez lekarzy dentystów, na przykład podczas wykonywania adhezyjnych uzupełnień stałych bezpośrednio w jamie ustnej pacjenta, jak i techników dentystycznych wykonujących uzupełnienia na modelach. Niewątpliwie dużą zaletą tej metody jest to, że nie wymaga stosowania skomplikowanych form oraz oprzyrządowania. Do wad tej metody zaliczyć można dużą pracochłonność oraz czasochłonność. Wyroby wykonane tą metodą posiadają również niedoskonałości powstałe na etapie ich przygotowywania (26, 27). Bardzo często okazuje się, że wady kompozytu warstwowego są niewidoczne nieuzbrojonym okiem, a zauważyć je można dopiero w kilkunastokrotnym powiększeniu uzyskanym przy użyciu mikroskopu (24). Do najczęściej obserwowanych wad należą pęcherzyki powietrza, niewypełnione przez materiał łączący obszary pomiędzy włóknami, połamane lub uszkodzone włókna oraz zanieczyszczenia (43, 46). W badaniach własnych wykonane analizy mikroskopowe próbek uwiarydliły, że najczęściej występującym defektem były pojedyncze pęcherzyki powietrza. Warto zaznaczyć, że występowały one zarówno w grupie kontrolnej, jak i grupie badanej. Należy stwierdzić, że pęcherzyki powietrza były na tyle małe, a ich liczba niewielka, że nie odnotowano żadnej zależności pomiędzy ich obecnością a osiągniętymi wynikami parametrów wytrzymałościowych. Nie wpłynęły one istotnie na pogorszenie parametrów wytrzymałościowych którejkolwiek z badanych grup. Innym defektem widocznym w obserwacjach mikroskopowych były pustki, czyli niewypełnione przez materiał łączący obszary pomiędzy włóknami. Jednak również nie zaobserwowano żadnej istotnej zależności pomiędzy ich obecnością a uzyskanymi wynikami parametrów wytrzymałościowych.

Analizując wyniki obserwacji mikroskopowych, należy zwrócić szczególną uwagę na degradacje mechaniczne powstałe w skutek przeprowadzonych badań wytrzymałościowych. Warto zaznaczyć, że w grupie kontrolnej widoczne były tylko kruche pęknięcia i nie zaobserwowano innych degradacji mechanicznych. W grupie badanej odnotowano liczne i zróżnicowane typy zniszczeń. Można zatem stwierdzić, że wystąpienie degradacji mechanicznych było bezpośrednio związane z obecnością włókien sztucznych jako wzmocnienia. Bardzo często obserwowano imperfekcje osnowy (ang. *matrix imperfections*) inicjowane na granicy włókno-kompozyt. Dotyczą one zjawisk występujących zarówno wewnątrz, jak i w strefie granicznej między warstwami. Tego typu uszkodzenia w postaci

pęknięć zapoczątkowywane są zazwyczaj kumulacją rozproszonych mikropęknięć, które w piśmiennictwie anglojęzycznym określane są mianem debondingu (54, 66, 71). Z punktu widzenia mechaniki FRC bardzo istotne jest tzw. pęknięcie warstwy granicznej spowodowane utratą adhezji na granicy kontaktu włókno-osnowa. Pojawia się ono w najwcześniejszych stadiach procesu degradacji kompozytu. Zwykle zjawisko to początkowo nie wpływa na charakterystyki makroskopowe struktury, ale może wywoływać kolejne zmiany w strukturze, prowadzące do zniszczenia FRC. Bardzo często pęknięcia poprzeczne poszczególnych warstw kompozytu wzmocnianego włóknami ciągłymi powstają w wyniku łączenia się pęknięć włókno – osnowa z imperfekcjami osnowy. Pęknięcie warstwy jest sumą pęknięć warstwy granicznej oraz debondingu i prowadzi do powstania pęknięć przebiegających przez całą grubość poszczególnych warstw (90-94). Warto zaznaczyć, że opisane zjawisko obserwowano częściej w przypadku próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasami włókien. Fakt ten można powiązać z liczbą poszczególnych warstw FRC. Próbki wzmocnione jednym pojedynczym pasmem włókien składały się z 3 warstw, natomiast próbki wzmocnione dwoma pojedynczymi pasmami włókien z 5 warstw. Dlatego też, wraz ze wzrostem liczby warstw FRC wzrasta prawdopodobieństwo wystąpienia pęknięć przebiegających przez całą grubość próbki

Częstym rodzajem uszkodzenia występującym w kompozytach wzmocnianych włóknami jest rozwarstwienie, nazywane delaminacją (92, 106). W obszarze delaminacji znacznie zmniejsza się wytrzymałość oraz sztywność laminatu. Rozwarstwienie może wiązać się z lokalną utratą stateczności, czyli tzw. wyboczeniem warstw. Sama delaminacja zazwyczaj nie skutkuje utratą nośności struktury, ale w połączeniu z innymi formami uszkodzeń (pęknięcie osnowy lub pękanie włókien) może prowadzić do zniszczenia konstrukcji. W kompozytach warstwowych delaminacja powstaje zazwyczaj między dwiema sąsiednimi warstwami (delaminacja na jednym poziomie) lub pomiędzy wieloma warstwami (delaminacja na wielu poziomach) laminatu (86, 116, 139). W badaniach własnych obserwowano głównie delaminacje na jednym poziomie i odnotowano ich większą liczbę w próbkach wzmocnionych dwoma pojedynczymi warstwami włókien.

Materiały kompozytowe zbrojone włóknami charakteryzują się zmianą parametrów mechanicznych w zależności od orientacji włókien (50, 89).

W zależności od skrajnych orientacji włókien wyróżnia się dwa typy zniszczenia kompozytów FRC. W przypadku, gdy siła rozciągająca zorientowana jest prostopadle do kierunku ułożenia włókien, następuje rozdzielenie matrycy w płaszczyźnie prostopadłej do wektora obciążenia. W przypadku ściskania FRC, rozdzielenie następuje na skutek pęknięcia matrycy w płaszczyźnie nachylonej pod kątem w stosunku do obciążenia. Gdy wzmocnienie zorientowane jest równoległe do kierunku obciążenia rozciągającego, jego rozdzielenie poprzedzone jest pękaniem i zerwaniem włókien w płaszczyźnie prostopadłej do ich osi głównej, które w piśmiennictwie nosi nazwę tzw. pęknięcia rozdzielczego (90, 94). Podczas ściskania kompozytów o równoległej orientacji włókien w stosunku do obciążenia, występują często ich mikrowyboczenia (ang. *microbuckling*) o charakterze sprężystym (ang. *elastic microbuckling*), które pod wpływem działania naprężeń powodują powstawanie krytycznych dla kompozytów wzmocnianych włóknami mikrowyboczeń plastycznych (ang. *plastic microbuckling*) związanych z łamaniem włókien. Powstawanie tego typu uszkodzeń najczęściej związane jest ze zmianą kierunku propagacji pęknięcia na granicy włókno-matryca, w której szczelina zmienia kierunek, rozprzestrzeniając się w głąb (8, 43, 58, 101).

Pęknięcie oraz zerwanie włókien uznawane jest za końcowy stan w procesie degradacji FRC. Zniszczenie włókien prowadzi do uformowania tzw. ścieżki zniszczenia (ang. *failure path*) przebiegającej przez lokalne, wcześniej uszkodzone strefy, w konsekwencji powodując utratę zdolności struktury do przenoszenia obciążeń poprzez jej fizyczne zniszczenie (53, 58, 60). Analizując w pracy własnej obrazy uzyskane w wyniku obserwacji w SEM należy zwrócić uwagę na odmienny wygląd zerwanych włókien aramidowych w porównaniu do zniszczonych włókien szklanych i węglowych. Degradacje włókien szklanych polegały przede wszystkim na poprzecznym pękaniu i zrywaniu. Przekrój poprzeczny zniszczonych włókien szklanych był okrągły. Obraz zerwanych włókien węglowych był podobny do zniszczonych włókien szklanych. Włókna węglowe pękały w poprzek, a kształt przekroju poprzecznego pojedynczego włókna był okrągły lub owalny. Obserwacje mikroskopowe wykazały, iż pęknięcie włókien szklanych oraz węglowych miało charakter kruchy. Zupełnie inny wygląd miały zniszczone włókna aramidowe. Podczas mikroskopowej analizy strukturalnej zerwanych włókien aramidowych zwrócono uwagę obok pęknięć poprzecznych, przede wszystkim na pęknięcia podłużne. Uzyskane obrazy świadczą o tym, że pojedyncze włókno aramidowe

pod wpływem przyłożonej siły ulegało rozciągnięciu z jednoczesnym pękaniem podłużnym, aż do osiągnięcia długości krytycznej, przy której następowało zerwanie włókna. Degradacja włókien polegająca na występowaniu pęknięć poprzecznych oraz podłużnych była charakterystyczna tylko dla włókien aramidowych. Ten charakterystyczny typ niszczenia można wytłumaczyć zupełnie odmienną budową chemiczną oraz specjalnym procesem produkcyjnym włókien aramidowych w porównaniu do włókien szklanych i węglowych. Włókna aramidowe wyciąga się z roztworu poliparafenylotereftalamidu w kwasie siarkowym, w którym powstaje faza ciekłokrystaliczna. Dzięki temu, wyciągane włókno wykazuje wysoki stopień organizacji cząsteczek, nieosiągalny w przypadku przędzenia innych rodzajów włókien. Po usunięciu kwasu siarkowego uporządkowanie ciekłokrystaliczne jest utrzymywane w stanie stałym dzięki występowaniu licznych wiązań wodorowych, które powstają w trakcie krzepnięcia włókien spontanicznie pomiędzy polarnymi grupami amidowymi ($-CO-NH-$). Jak zaznaczył *Leda* (91) równie ważny jest fakt, iż to właśnie sposób przędzenia włókien wpływa w znacznej mierze na dużą wytrzymałość mechaniczną włókien aramidowych.

Liczne niedoskonałości jakie istnieją podczas prowadzenia badań laboratoryjnych względem warunków *in vivo* nie zmienia poglądów wielu autorów o możliwościach adekwatnego odniesienia wyników tych badań do sytuacji klinicznych, jak również tego, że mogą być one wykorzystywane z dużym powodzeniem do oceny parametrów fizyko-chemicznych oraz wytrzymałościowych materiałów (59, 67, 97, 104, 129, 131, 139). Wydaje się, że badania w warunkach laboratoryjnych mają szczególne znaczenie w przypadkach, w których nie ma faktycznej możliwości przeprowadzenia analogicznych testów w warunkach wewnątrzustnych. Duża liczba zmiennych definiujących właściwości mechaniczne badanego materiału sprawia, że uzyskane wyniki mogą różnić się między sobą w zależności od ośrodka, który prowadził badania. Jak zauważył *Karbhari* i wsp. (79) powstałe rozbieżności mogą występować nawet jeśli w badaniach użyto włókna tego samego typu.

W warunkach klinicznych skuteczność leczenia z zastosowaniem FRC jest określana za pomocą dwóch wskaźników. Wskaźnik sukcesu (ang. *success rate*) wyraża procentowo liczbę pacjentów, u których nie stwierdzono niekorzystnych powikłań lub niepowodzeń w leczeniu i mogli nieprzerwanie kontynuować korzystanie z protez w określonym czasie. Natomiast wskaźnik powodzenia

(ang. *survival rate*) określa tych pacjentów, u których wystąpiły w trakcie eksploatacji uzupełnień powikłania, jednak ich pomyślne usunięcie skutecznie przywróciło kliniczną przydatność tych materiałów i z powodzeniem umożliwiło dalsze użytkowanie uzupełnienia protetycznego w jamie ustnej (103). Wskaźnik sukcesu, a więc oznaka bezproblemowego użytkowania uzupełnienia protetycznego przez długi czas, bez dodatkowej, koniecznej interwencji lekarza wyznaczony dla materiałów FRC może być większy od wskaźnika określonego dla protez stałych, których retencja uzyskiwana jest na drodze mechanicznego zakotwienia do zęba filarowego (124). Oszczędna, zapewniająca ochronę tkanek twardych zęba preparacja lub jej całkowity brak, a także możliwość taniej, szybkiej, prostej i skutecznej naprawy sprawiają, że pacjenci mogą użytkować uzupełnienia wzmocnione włóknami przez długi czas. W badaniach *Miettinena i Millara* (107) wskaźnik powodzenia w przypadku pacjentów leczonych z użyciem mostów wzmocnionych włóknem szklanym wyniósł 88,5% w porównaniu do mostów metalowo-ceramicznych (82,8%) i mostów pełnoceramicznych, cementowanych adhezyjnie (72,5%). *Van Heumen* (164) w badaniach obejmujących 5-letni czas obserwacji potwierdził 77,5% skuteczność w leczeniu z zastosowaniem mostów kompozytowych wzmocnionych włóknem szklanym. W badaniach *Pjeturssona* i wsp. (125) uzyskane wartości wskaźnika powodzenia, oznaczone po 5 latach trwania eksperymentu były podobne, dla protez stałych konwencjonalnych wyniósł 71,1%, dla protez osadzonych na wszczepach śródkostnych 61,3% a dla protez FRC 89,1%. Wielu badaczy na podstawie długoczasowych obserwacji klinicznych potwierdza, że w materiałach kompozytowych występuje zjawisko stopniowych, powolnych zmian wartości współczynnika sprężystości, wskaźników wytrzymałości, charakterystyk tłumienia drgań i innych właściwości materiału (110, 160, 162). Stopniowa i powolna kumulacja zmian zmęczeniowych związana z długoczasowym obciążeniem użytkowanych protez nierzadko może skutkować koniecznością wykonania nowej protezy. Ich przyczyną jest proces stopniowego rozwoju mikropęknięć i innych uszkodzeń materiału. Stopniowe pogorszenie właściwości w czasie jest cechą charakterystyczną wielu tworzyw sztucznych, w tym także kompozytów. Kompozyty obciążone zgodnie z kierunkiem ułożenia włókien są bardziej odporne na zmiany właściwości. Większą podatność na takie zmiany wykazują kompozyty zawierające warstwy o różnej strukturze i orientacji jak, np. wzmocnienia z mat i tkanin.

W próbach klinicznych siła wiązania z tkankami zęba kompozytu oraz kompozytu wzmocnionego włóknami jest podobna. Przyczyną niepowodzeń materiałów FRC może być degradacja połączenia między fazami włókno-osnowa w czasie (162). Niepowodzenia lecznicze mogą obejmować subiektywne uczucie dyskomfortu lub uszkodzenia odczuwane przez pacjenta, a nie potwierdzone w badaniu klinicznym, np. degradację cementu adhezyjnego polegającą na oddzieleniu uzupełnienia na jednym lub obu końcach FRC, odwarstwienie lub wykruszenie materiału licującego, uszkodzenie włókien wzmacniających, starcie osnowy kompozytowej, przebarwienie, złamanie zęba filarowego lub rozwój próchnicy wtórnej (165).

Podsumowując przeprowadzone badania, inkorporacja włókien szklanych, węglowych, aramidowych oraz hybryd: szklano-aramidowej, węglowo-aramidowej oraz szklano-węglowej w macierzy organicznej ma istotny wpływ na wartości parametrów mechanicznych kompozytów stomatologicznych. Wyniki badań własnych wskazują, że warto szczególną uwagę zwrócić na włókna aramidowe, dotychczas rzadko stosowane w stomatologii. Wyniki badań wytrzymałościowych kompozytu wzmocnionego włóknami szklanymi były akceptowalne, jednak należy podkreślić, że w porównaniu z kompozytem wzmocnionym włóknami aramidowymi okazały się gorsze w zakresie wszystkich badanych parametrów wytrzymałościowych. Uzyskane wyniki badań laboratoryjnych są obiecujące, a dalsze badania przedkliniczne oraz kliniczne z wykorzystaniem włókien aramidowych mogą okazać się bardzo istotne prowadząc do zastąpienia powszechnie stosowanych włókien szklanych, włóknami aramidowymi. Przyszłe badania nad FRC powinny koncentrować się między innymi na poprawie adhezji włókien z materiałem kompozytowym, ponieważ jak wykazały badania własne granica włókno-osnowa jest najsłabszym punktem w całym układzie jaki tworzą kompozyty warstwowe. Kierunki dalszych badań należy rozpatrywać w wielu aspektach(145). Prowadzone są badania z nanotechnologii nad produkcją struktur funkcjonalnych w zakresie 0,1-100 nm różnymi metodami fizycznymi lub chemicznymi. Nanokompozyty dentystyczne zapewniają kosmetycznie akceptowalny wynik o bardzo dobrych właściwościach mechanicznych (146, 147). Głównym punktem związanym z tym nowym trendem jest dodawanie cząstek nanowypełniaczy do materiałów dentystycznych na bazie żywic (59). Zaproponowano już wykorzystanie nanowypełniaczy ciągłych – stanowiących

odpowiednik włókien długich w FRC (143). Naukowcy próbują również wykorzystać FRC w połączeniu z technologiami CAD/CAM (ang. *Computer-Aided-Design/Computer-Aided-Machining*). Interakcja między tymi dwiema technologiami wydaje się obiecująca w oparciu o doniesienia wstępne (14, 105). Innym obszarem, w którym FRC zaczynają być wykorzystywane, jest implantologia. Podczas konstruowania implantów można byłoby skorzystać z pewnych biomechanicznych właściwości FRC, a możliwość włączenia dodatkowych składników bioaktywnych do struktury implantu otwiera nowe dziedziny badań (87). Zaproponowano również zastosowanie FRC w inżynierii tkankowej podczas projektowania rekonstrukcji ortopedycznych. Ponieważ wyniki biokompatybilności są obiecujące, opracowane biomateriały FRC mogą stanowić zoptymalizowaną alternatywę dla innych materiałów wykorzystywanych do odbudowy wad kości czaszki (63). Opcje badawcze z materiałami FRC są otwarte i oczekuje się, że przyszłe badania poszerzą wykorzystanie FRC zarówno w dziedzinie stomatologii, jak i medycyny.

12. Wnioski

Analiza uzyskanych w badaniach wyników pozwoliła na sformułowanie następujących wniosków:

1. Włókna aramidowe użyte zarówno w jednej oraz dwóch pojedynczych wiązках ze względu na parametry wytrzymałościowe mogą być zalecane jako wzmocnienie uzupełnień protetycznych wykonanych z kompozytu.
2. W zastosowaniu klinicznym wśród próbek wzmocnionych dwoma pojedynczymi pasmami włókien może być brana pod uwagę hybryda włókien szklanych i aramidowych.
3. Zastosowanie włókien węglowych w pracy klinicznej przy zawartości wagowej 4% w materiale kompozytowym nie jest zalecane z powodu spadku wytrzymałości na zginanie i zmniejszenia sztywności materiału FRC.
4. Granica połączenia włókien z kompozytem była najsłabszym punktem w układzie warstwowym jaki tworzą materiały kompozytowe wzmocnione włóknami sztucznymi.
5. Wraz ze wzrostem liczby warstw materiałów FRC wzrasta prawdopodobieństwo wystąpienia pęknięć przebiegających przez całą grubość próbki oraz pojawienia się rozwarstwień (tzw. delaminacji).
6. Metoda ręczna wykonania próbek z powodzeniem może być stosowana podczas wykonywania uzupełnień protetycznych w warunkach klinicznych, gdyż nie wpłynęła na pogorszenie uzyskanych wyników parametrów wytrzymałościowych.

13. Piśmiennictwo

1. Ahmed KE, Li KY, Murray CA: Longevity of fiber-reinforced composite fixed partial dentures (FRC) – Systematic review. *J Dent.* 2017; 61: 1-11.
2. Aksornmuang J, Foxton RM, Nakajima M, Tagami J. Microtensile bond strength of a dual-cure resin core material to glass and quartz fibre posts. *J Dent.* 2004; 32(6): 443-50.
3. Alberts B, Bray D, Hopkin K. *Podstawy biologii komórki.* Wyd. 3. Warszawa. Wydawnictwo Naukowe PWN, 2019.
4. AlShaafi MM. Factors affecting polymerization of resin-based composites: a literature review. *Saudi Dent J.* 2017; 29: 48-58.
5. Aminoroaya A, Neisiany RE, Khorasani SN, Panahi P, Das O, Madry H, Cucchiarini M, Ramakrishna S. A review of dental composites: Challenges, chemistry aspects, filler influences, and future insights. *Composites. Part B, Engineering.* 2021; 216: 1-23.
6. Amirouche-Korichi A, Mouzali M, Watts DC. Effects of monomer ratios and highly radiopaque fillers on degree of conversion and shrinkage-strain of dental resin composites. *Dent Mater.* 2009; 25: 1411-1418.
7. Arcís RW, López-Macipe A, Toledano M, Osorio E, Rodríguez-Clemente R, Murtra J, Fanovich MA, Pascual CD. Mechanical properties of visible light-cured resins reinforced with hydroxyapatite for dental restoration, *Dent Mater.* 2002; 18: 49–57.
8. Astanin V, Shchegel A, Impact deformation and fracture of hybrid composite materials. *Strength of Materials.* 2011; 43(6): 615-627.
9. Avivi-Arber L, Sessle BJ. Jaw sensorimotor control in healthy adults and effects of ageing. *J. Oral Rehabil.* 2018; 45(1): 50-80.
10. Bag DS, Rao KUB. Synthesis of UV-Curable Difunctional Silane Monomer Based on 3-Methacryloxy Propyl Trimethoxysilane (3-MPTS) and its UV-Curing Characteristics and Thermal Stability. *J. Appl. Polym. Sci.* 2010; 115: 2352–2358.
11. Bahramian N, Atai M, Naimi-Jamal MR. Ultra-high-molecular-weight polyethylene fiber reinforced dental composites: Effect of fiber surface treatment on mechanical properties of the composites. *Dent Mater.* 2015; 31(9): 1022-1029

12. Barszczewska-Rybarek I, Krasowska M. Fractal analysis of heterogeneous polymer networks formed by photopolymerization of dental dimethacrylates. *Dent Mater.* 2012; 28(6): 695-702.
13. Barszczewska-Rybarek I. Structure-property relationships in dimethacrylate networks based on Bis-GMA, UDMA and TEGDMA. *Dent Mater.* 2009; 25: 1082-1089.
14. Bechir F, Bataga SM, Tohati A, Ungureanu E, Cotrut CM, Bechir ES, Suciuc M, Vranceanu DM. Evaluation of the Behavior of Two CAD/CAM Fiber-Reinforced Composite Dental Materials by Immersion Tests. *Materials.* 2021; 14 (23): 7185-7196.
15. Behl S, Rajan G, Ellakwa A, Farrar P, Prusty BG. Physical and mechanical characterisation of fowable dental composites reinforced with short aspect ratio micro-sized S-Glass fibers. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2020; 111:110771-110785.
16. Behr M, Rosentritt M, Taubenhansl P, Kolbeck C, Handel G. Fracture resistance of fiber-reinforced composite restorations with different framework design. *Acta Odontol Scand.* 2005; 63(3): 153-157.
17. Benazzi S, Grosse IR, Gruppioni G, Weber GW, Kullmer O. Comparison of occlusal loading conditions in a lower second premolar using three-dimensional finite element analysis. *Clin. Oral Investig.* 2013; 18(2): 369-375.
18. Bennett SC, Johnson DJ, Johnson W. Strength-structure relationships in PAN-based carbon fibers. *J. Mater. Sci.* 1983; 18: 3337–3347.
19. Beyth N, Farah S, Domb AJ, Weiss EJ. Antibacterial dental resin composites. *React. Funct. Polym.* 2014; 75: 81-88.
20. Bienias B, Michalski B, Wagner L. Mechanical strength assessment of aramid, glass and aramid-glass hybrid fibers reinforced dental photopolymer. *Polimery*, 2019; 64(9): 39-43.
21. Bienias B, Michalski W, Mielan B, Pietryga K, Pamuła E, Wasek M. Ocena właściwości mechanicznych polimetakrylanu metylu zbrojonego włóknami szklanymi. *Protet Stomatol.* 2018; 68(1): 3-15.
22. Bienias B, Michalski W, Wagner L. Mechanical strength evaluation of poly(methyl methacrylate) reinforced with long glass, carbon and aramid fibers. *Polimery.* 2019; 64(6): 27-31.

23. Bienias B. Kompozyt światłoutwardzalny wzmocniony jednym oraz dwoma pasmami włókien szklanych. Część I – analiza porównawcza parametrów wytrzymałościowych. *Protet Stomatol.* 2021; 71(1): 74-83.
24. Bienias B., Wróbel-Bednarz K. Kompozyt światłoutwardzalny wzmocniony jednym oraz dwoma pasmami włókien szklanych. Część II – mikroskopowa analiza strukturalna. *Protet Stomatol.* 2021; 71(2): 136-143.
25. Bijelic-Donova J, Garoushi S, Lassila L, Keulemans F, Pekka V: Mechanical and structural characterization of discontinuous fiber-reinforced dental resin composite. *J Dent* 2016; 52: 70-76.
26. Boczkowska A, Kapuściński J, Lindemann Z, Witemberg-Perzyk D, Wojciechowski S. Kompozyty. Wyd. 2. Warszawa. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, 2005.
27. Boczkowska A, Krzesiński G. Kompozyty i techniki ich wytwarzania. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej. 2016.
28. Bourgress JO, Walker R, Davidson JM. Posterior resin-based composite: review of the literature. *Pediatr. Dent.* 2002; 24: 465-479.
29. Bowen RL, Marjenhoff WA. Dental composites/glass ionomers: the materials. *Adv. Dent. Res.* 1992; 6: 44-49.
30. Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *JADA.* 1962; 66: 57.
31. Braszczyńska-Malik KN, Pędzich Z, Pietrzak K, Roślaniec Z, Sterzyński T, Szweyger M. Problemy terminologii w kompozytach i wyrobach kompozytowych. *Composites*, 2005; 5: 19-24.
32. Broutman LJ, Krock RH. Composite materials. New York: Academic Press, 1975.
33. Brożek R, Dorocka-Bobkowska B, Koczorowski R. Kliniczne zastosowanie materiałów kompozytowych wzmocnionych włóknem (FRC) w stomatologii – przegląd piśmiennictwa. *Protet Stomatol.* 2019; 69(1): 93-98.
34. Brożek R, Kubanek Sz, Czarnecka B, Koczorowski R, Dorocka-Bobkowska B. Badania wytrzymałości kompozytu wzmocnionego włóknem polietylenowym o ultra dużej masie cząsteczkowej oraz jego adhezji do zębiny (UHMWPE). *Protet. Stomatol.* 2018; 68(3): 293-301.
35. Buonocore M. A Simple Method of Increasing the Adhesion of Acrylic Filling Materials to Enamel Surfaces. *J. Dent. Res.* 1955; 34(6): 849-853.

36. Callaghan D, Vaziri A, Nayeb-Hashemi H. Effect of Fiber Volume Fraction and Length on the Wear Characteristics of Glass Fiber-reinforced Dental Composites. *Dent Mater.* 2006; 22(1): 84-93.
37. Chan KHS, Mai Y, Kim H, Tong KCT, Ng D, Hsiao JCM. Review: Resin composite filling. *Materials.* 2010; 3: 1228-1243.
38. Cheung H, Ho M, Lau K, Cardona F, Hui D. Natural fibre-reinforced composites for bioengineering and environmental engineering applications. *Composites Part B: Engineering.* 2009; 40(7): 655-663.
39. Chieruzzi M, Pagano S, Pennacchi M, Lombardo G, D'Errico P, ; Kenny, Josè M. Compressive and flexural behaviour of fibre reinforced endodontic posts. *J. Dent.* 2012; 40(11): 968-978.
40. Costa AKF, da Silva LH, Saavedra GSFA, Paes JTJA, Borges ALS. Flexural strength of four adhesive fixed dental prostheses of composite resin reinforced with glass fiber. *J Adhes Dent.* 2012; 14(1): 47-50
41. Craig G, Powers JM, Sakaguchi RL. *Materiały stomatologiczne.* Wyd. 1 polskie. Wrocław. Elsevier Urban & Partner, 2008.
42. Cuevas-Suárez CE, da Rosa WL, Lund RG, da Silva AF. Bonding performance of universal adhesives: an updated systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent.* 2019; 21(1):7-26.
43. Dąbrowski H. *Wytrzymałość polimerowych kompozytów włóknistych.* Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej. Wrocław, 2002.
44. *Dentistry – Polymer-based restorative materials – ISO 4049:2019.* European Committee Standarization. Geneva, Czerwiec 2019.
45. Dikova T, Maximov J, Todorov V, Georgiev G, Panov V. Optimization of Photopolymerization Process of Dental Composites. *Processes.* 2021; 9: 779.
46. Dobrzański LA. *Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo.* Wydawnictwo Naukowo-Techniczne. Warszawa, 2006.
47. Domingo C, Arcís RW, Osorio E, Osorio R, Fanovich MA, Rodríguez-Clemente R, Toledano M, Hydrolytic stability of experimental hydroxyapatite-filled dental composite materials. *Dent Mater.* 2003; 19: 478-486.

48. Domingo C, Arcis RW, Osorio E, Toledano M, Saurina J. Principal component analysis and cluster analysis for the characterization of dental composites. *Analyst*. 2000; 125: 2044–2048.
49. Dos Santos LA, De Oliveira LC, da Silva Rigo EC, Carrodéguas RG, Boschi AO, Fonseca de Arruda AC. Fiber reinforced calcium phosphate cement. *Artif Organs*. 2000; 24: 212–216
50. Dyer SR, Lassila LVJ, Jokinen M, Vallittu PK. Effect of fiber position and orientation on fracture load of fiber-reinforced composite. *Dent Mater*. 2004; 20(10): 947-955.
51. Ellakwa AE, Shortall AC, Shehata MK, Marquis PM. The influence of fiber placement and position on the efficiency of reinforcement of fiber reinforced composite bridgework. *J Oral Rehabil*. 2001; 28(8): 785-791.
52. Elsaka SE. Influence of chemical surface treatments on adhesion of fiber posts to composite resin core materials. *Dent Mater*. 2013; 29(5): 550-558.
53. Fejdyś M, Łandwijt M. Włókna techniczne wzmacniające materiały kompozytowe. *Techniczne Wyroby Włókiennicze*. 2010; 12-22.
54. Ferracane JL. Current trends in dental composites. *Crit. Rev. Oral Biol. Med*. 1995; 6: 302-318.
55. Ferracane JL. Resin composite – state of the art. *Dent Mater*. 2011; 27: 29-38.
56. Fok ASL. Shrinkage stress development in dental composites – An analytical treatment. *Dent. Mater*. 2013; 29(11): 1108-1115.
57. Fontijn-Tekamp, FA , Slagter AP, Bilt A, van der Hof M, van 't Witter DJ, Kalk W, Jansen JA. Biting and chewing in overdentures, full dentures, and natural dentitions. *J. Dent. Res*. 2000; 79(7): 1519-1524.
58. German J. Podstawy mechaniki kompozytów włóknistych. Politechnika Krakowska. Kraków, 2001.
59. Gogna R, Jagadis S, Shashikal K. A comparative in vitro study of microleakage by a radioactive isotope and compressive strength of three nanofilled composite resin restorations. *J. Conserv. Dent*. 2011; 14(2): 128-131.
60. Goldberg AJ, Burstone CJ. The use of continuous fiber reinforcement in dentistry. *Dent Mater*. 1992; 8(3): 197-202.

61. Gonçalves F, Azevedo CL, Ferracane JL, Braga RR. BisGMA/TEGDMA ratio and filler content effects on shrinkage stress. *Dent Mater.* 2011; 27: 520-526.
62. Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga R.R. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci.* 2009; 117: 442-446.
63. Guo N, Zhao M, Li S, Hao J, Wu Z, Zhang Ch. Stereocomplexation Reinforced High Strength Poly(L-lactide)/Nanohydroxyapatite Composites for Potential Bone Repair. *Apply Polymers.* 2022; 14 (3): 645-659.
64. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater.* 2002; 18: 463-469.
65. Hervas-Garcia A, Martinez-Lozano MA, Cabanes-Vila J, Barjau-Escribano A, Fos-Galve P. Composite resin. A review of the materials and clinical indications. *Med. Oral Patol.* 2006; 11: 215-220.
66. Hull D, Clyne TW. *An introduction to composite materials.* 2nd Edition ed. Cambridge University Press, 1996.
67. Iaculli F, Salucci A, Di Giorgio G, Luzzi V, Ierardo G, Polimeni A, Bossù M. Bond Strength of Self-Adhesive Flowable Composites and Glass Ionomer Cements to Primary Teeth: A Systematic Review and Meta-Analysis of In Vitro Studies. *Materials.* 2021; 14(21): 6694-6715.
68. Ilday NO, Sagsoz O, Karatas O, Bayindir YZ, Celik N. Temperature change caused by light curing of fiber-reinforced composite resin. *J Conserv Dent.* 2015; 18: 223-226.
69. Jakubiak J, Allonas X, Fouassier JP, Sionkowska A, Andrzejewska E, Linden LA, Rabek JF. Camphorquinone-amines photoinitiating systems for the initiation of free radical polymerization. *Polymer.* 2003; 44: 5219–5226.
70. Jandt KD, Mills RW. A brief history of LED photopolymerization. *Dent Mater.* 2013; 29: 605–617.
71. Jandt KD, Sigusch BW. Future perspectives of resin-based dental materials. *Dent. Mater.* 2009; 25: 1001-1006.
72. Jańczuk Z, Kaczmarek U, Lipski M. *Stomatologia zachowawcza z endodoncją.* Wyd. 4. Warszawa. Wydawnictwo Lekarskie PZWL, 2015.

73. Jaskowska E, Witmanowski H. Przegląd technik utwardzania materiałów złożonych i urządzeń emitujących światło polimeryzacyjne na podstawie piśmiennictwa. *Czas. Stomatol.* 2005; 58: 253–257.
74. Jodkowska E, Skoczylas M. Photopolymerization of Dental Composites – Light Source and Light Intensity Dependent Technique. *Dent. Med. Probl.* 2013; 1: 71-77.
75. Jokstad A, Gokce M, Hjortsjo C. A systematic review of the scientific documentation of fixed partial dentures made from fiber-reinforced polymer to replace missing teeth. *J Prosthet Dent.* 2006; 96(5): 489-496.
76. Kanie T, Arikawa H, Fujii K, Ban S. Mechanical Properties of Woven Glass Fiber-Reinforced Composites. *Dent Mater.* 2006; 25(2): 377-381.
77. Karacaer Ö, Polat TN, Tezvergil A, Lassila LV, Vallittu PK. The effect of length and concentration of glass fibers on the mechanical properties of an injection-and a compression-molded denture base polymer. *J Prosthet Dent.* 2003; 90: 385-393.
78. Karbhari VM, Strassler H. Effect of Fiber Architecture on Flexural Characteristics and Fracture of Fiber-reinforced Dental Composites. *Dent Mater.* 2006; 23(8): 960-68.
79. Karbhari, Vistasp M ; Strassler, Howard. Effect of fiber architecture on flexural characteristics and fracture of fiber-reinforced dental composites. *Dental materials*, 2006, Vol.23 (8): 960-968.
80. Kemp PI, Driessen Ch, Williams WP. Reinforcement of a denture-base polymer with a composite carbon and glass fibre strengthener. *J. Dent. Res.* 1998; 77(5): 1279-1279.
81. Khan AS, Azam MT, Khan M, Mian SA, Rehman IU. An update on glass fiber dental restorative composites: a systematic review. *Mater Sci Eng C.* 2015; 47: 26-39.
82. Kim M, Sung DH, Kong K, Kim N, Kim B, Park HW. Characterization of resistive heating and thermoelectric behavior of discontinuous carbon fiber-epoxy composites. *Composites Part B: Engineering.* 2016; 90: 37-44.
83. Kolesov YI, Kudryavtsev MY, Mikhailenko NY. Types and compositions of glass for production of continuous glass fiber. *Glass Ceram.* 2001; 58: 197-202.

84. Krämer N, Lohbauer U, Garcia-Godoy F, Frankenberger R. Light curing of resin-based composites in the LED era. *Am J Dent.* 2008; 21: 135-142.
85. Krenchel H. Fibre Reinforcement. In *Theoretical and Practical Investigations of the Elasticity and Strength of Fibre-Reinforced Materials*; Akademisk Forlag: Copenhagen, Denmark, 1964.
86. Królikowski W. *Polimerowe kompozyty konstrukcyjne*. Wydawnictwo Naukowe PWN. Warszawa, 2012.
87. Kürçüoğlu I, Küçükeşmen H, Ozkir S, Yilmaz B. Effect of surface treatment on roughness and bond strength of CAD-CAM multidirectional glass fiber-reinforced composite resin used for implant-supported prostheses. *Polym. Int.* 2021; 70(8): 1153-1158.
88. Lassila L, Tezvergil A, Lahdenperä M, Pasi A, Akiyoshi S, Akikazu S, Vallittu PK. Evaluation of some properties of two fiber-reinforced composite materials. *Acta Odontol. Scand.* 2005; 63(4): 196-204.
89. Lassila L, Garoushi S, Vallittu PK, Säilynoja E. Mechanical properties of fiber reinforced restorative composite with two distinguished fiber length distribution. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016; 60: 331-338.
90. Leda H. *Kompozyty polimerowe z włóknami ciągłymi*. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej – Poznań, 2000.
91. Leda H. *Kompozyty polimerowe z włóknami ciągłymi: Wytwarzanie, właściwości, stosowanie*. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej. Poznań, 2006.
92. Leda H. *Materiały inżynierskie w zastosowaniach biomedycznych*. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej. Poznań, 2012.
93. Leda H. Szklane czy węglowe włókna w kompozytach polimerowych. *Kompozyty.* 2005; 1: 209-215.
94. Lee IB, Son HH, Um CM. Rheologic properties of flowable, conventional hybrid and condensable composite resin. *Dent Mater.* 2003; 19: 298-307.
95. Leinfelder KF. Composite resin. *Dent Clin North Am.* 1985; 29(2): 359-71.
96. Lempel E, Czibulya Z, Kovács B, Szalma J, Tóth A, Kunsági-Máté S. Degree of conversion and BisGMA, TEGDMA, UDMA elution from flowable bulk-fill composites. *Int J Mol Sci.* 2016; 17: 732.
97. Lempel E, Őri Z, Kincses D, Lovász BV, Kunsági-Máté S, Szalma J. Degree of conversion and in vitro temperature rise of pulp chamber during

- polymerization of flowable and sculptable conventional, bulk-fill and short-fibre reinforced resin composites. *Dent Mater.* 2021; 37(6): 983-997.
98. Leprince J, Devaux J, Mullier T, Vreven J, Leloup G. Pulpal-temperature rise and polymerization efficiency of LED curing lights. *Oper Dent.* 2010; 35: 220-230.
 99. Li H, Richards C, Watson J. High-performance glass fiber development for composite applications. *Int J Appl Glas Sci.* 2014; 5:65–81.
 100. Li J, Li H, Fok ASL, Watts DC. Multiple correlations of material parameters of light-cured dental composites. *Dent. Mater.* 2009; 25(7): 829-836.
 101. Liu K, Ye J, Tang Z, Liu W, Zhang B. Simulation and verification of machining deformation for composite materials. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.* 2014; 29: 917-922.
 102. Mahdiyeh S, Bijhan H, Nafiseh A, Saeid E. Effect of length and diameter of fiber reinforced composite post (FRC) on fracture resistance of remaining tooth structure. *JDMT.* 2013; 2(2): 50-53.
 103. Malmstrom H, Dellanzo-Savu A, Xiao J, Feng C, Jabeen A, Romero M, Huang J, Ren Y, Yunker MA. Success, clinical performance and patient satisfaction of direct fibre-reinforced composite fixed partial dentures – a two-year clinical study. *J Oral Rehabil.* 2015; 42(12): 906-913.
 104. Mangoush E, Garoushi S, Lassila L, Vallittu PK, Säilynoja E. Effect of fiber reinforcement type on the performance of large posterior restorations: a review of In vitro studies. *Polymers.* 2021; 13(21): 3682-3695.
 105. Mangoush E, Lassila L, Vallittu PK, Garoushi S. Shear-bond strength and optical properties of short fiber-reinforced CAD/CAM composite blocks. *Eur. J. Oral Sci.* 2021; 129(5): 12815-12829.
 106. Mayer P, Kaczmar JW. Właściwości i zastosowania włókien węglowych i szklanych. *Tworzywa Sztuczne i Chemia.* 2008; 6: 52-56.
 107. Miettinen M, Millar BJ. A review of the success and failure characteristics of resin bonded bridges. *Br Dent J.* 2013; 215(2): 1-10.
 108. Miettinen VM, Narva KK, Vallittu PK. Water sorption, solubility and effect of post-curing of glass fiber reinforced polymers. *Biomaterials,* 1999; 20: 1187-1194.
 109. Moldovan M, Balazsi R, Soanca A, Roman A, Sarosi C, Prodan D. Evaluation of the degree of conversion, residual monomers and mechanical

- properties of some light-cured dental resin composites. *Materials*. 2019; 12: 2109-2115.
110. Monaco C, Ferrari M, Miceli GP, Scotti R: Clinical evaluation of fiber-reinforced composite inlay FPDs. *Int J Prosthodont*. 2003; 16(3): 319-325.
 111. Moszner N, Salz U. New developments of polymeric dental composites. *Prog. Polym. Sci*. 2001; 26: 535-576.
 112. Murphy J. *The reinforced plastics handbook*. Elsevier. 1998, New York
 113. Naka O, Anastassiadou V, Pissiotis A. Association between functional tooth units and chewing ability in older adults: a systematic review. *Gerodontology*, 2014; 31(3): 166-177.
 114. Nan-Chieh, Bottino M, Levon J, Tien-Min G. The Effect of Polymerization Methods and Fiber Types on the Mechanical Behavior of Fiber-Reinforced Resin-Based Composites. *J Prosthodont*. 2017; 26(3): 230-37.
 115. Naves LZ, Santana FR, Castro CG, Valdivia ADCM, Da Mota AS, Estrela C, Correr-Sobrinho L, Soares CJ. Surface treatment of glass fiber and carbon fiber posts: SEM characterization. *Microscopy research and technique*, 2011; 74(12): 1088-1092.
 116. Nematollahi M, Mehdi K, Marzieh F, Mahmoud F. Experimental and Numerical Study of the Critical Length of Short Fiber Reinforced Polypropylene Composites. *Fibers Polym*. 2020; 21(4): 821-28.
 117. Nielsen, LE, Landel RF. *Mechanical Properties of Polymers and Composites*. 2nd Edition. In: Faulkner, L.L., Ed., *Mechanical Engineering*, Marcel Dekker, Inc.1994; New York.
 118. Özcan C, Lestriez P, Berry-Kromer V, Thiebaud F, Sockalingum GD, Untereiner V, Angiboust JF, Josset Y. Misinterpretation of ISO 4049 standard recommendations: Impact on Young's modulus and conversion degree of dental composites. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020; 110: 103947-103947.
 119. Özgül K, Polat TN, Tezvergil A, Lassila L, Vallittu P. The Effect of Length and Concentration of Glass Fibers on the Mechanical Properties of an Injection- and a Compression-molded Denture Base Polymer. *J Prosthet Dent*. 2003; 90(4): 385-93.
 120. Pawłowska E, Loba K, Błasiak J, Szczepańska J. Właściwości i ryzyko stosowania metakrylanu bisfenolu A dimetakrylanu uretanu – podstawowych

- monomerów kompozytów stomatologicznych. *Dent. Med. Probl.* 2009; 46, 4, 477-485.
121. Petersen RC. Discontinuous Fiber-reinforced Composites above Critical Length. *J Dent Res.* 2005; 84(4): 365-70.
 122. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur. J. Oral Sci.* 1997; 105: 97-116.
 123. Phillips RW. A classification and evaluation of composite resin systems. *J Prosthet Dent.* 1983; 50(4): 480-8.
 124. Pjetursson BE, Sailer I, Makarov NA, Zwahlen M, Thoma DS. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs. *Dent Mater.* 2015; 31(6): 624-639.
 125. Pjetursson BE, Tan K, Lang NP, Brägger U, Egger M, Zwahlen M. A systematic review of the survival and complication rates of fixed partial dentures (FPDs) after an observation period of at least 5 years. *Clin Oral Implants Res.* 2004; 15(6): 625-642.
 126. Powers JM, Wataha JC. *Materiały stomatologiczne. Wyd. 1 polskie.* Wrocław. Elsevier Urban & Partner, 2013.
 127. Praca zbiorowa, Nowa Encyklopedia Powszechna. Tom 3. Warszawa, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2004.
 128. Price RB, Murphy DG, Derand T. Light energy transmission through cured resin composite and human dentin. *Quintessence Int.* 2000; 31: 659-667.
 129. Psarri Ch, Stefanos K. Effect of Fiber-reinforcement on the Strength of Polymer Materials for Provisional Restorations: An in Vitro Study. *J Esthet Restor Dent.* 2020; 32(4): 433-40
 130. Raszewski Z, Nowakowska D. Wytrzymałość mechaniczna materiałów złożonych wzmocnionych włóknem szklanym w zależności od systemów łączących. *Czas. Stomatol.* 2010; 63(4): 259-266.
 131. Rohr N, Martin S, Zitzmann NU, Fischer J. A comprehensive in vitro study on the performance of two different strategies to simplify adhesive bonding. *J Esthet Restor Dent.* 2022; 1-10.
 132. Röhrle O, Saini H, Ackland DC. Occlusal loading during biting from an experimental and simulation point of view. *Dent Mater.* 2018; 34(1): 58-68.
 133. Romaniuk-Demonchaux A. Adhezyjne uzupełnienia pośrednie w złamanych

- zębach bocznych. *Mag. Stomatol.* 2019; 10: 18-34.
134. Romaniuk-Demonchaux A. Most adhezyjny jako alternatywna koncepcja leczenia. *Mag. Stomatol.* 2019; 12: 44-56.
 135. Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. *J Dent.* 2015; 43(7): 765-776.
 136. Rueggeberg FA, State-of-the-art: Dental photocuring – A review, *Dent Mater.* 2011; 27: 39–52.
 137. Runnacles P, Arrais CAG, Pochapski MT, dos Santos FA, Coelho U, Gomes JC. In vivo temperature rise in anesthetized human pulp during exposure to a polywave LED light curing unit. *Dent Mater* 2015; 31: 505-513.
 138. Rüttermann S, Dluzhevskaya I, Großsteinbeck C, Raab WHM, Janda R. Impact of replacing Bis-GMA and TEGDMA by other commercially available monomers on the properties of resin-based composites. *Dent Mater.* 2010; 26: 353–359.
 139. Saleem M, Zahid S, Ghafoor S, Khalid H, Iqbal H, Zeeshan R, Ahmad S, Asif A, Khan AS. Physical, mechanical, and in vitro biological analysis of bioactive fibers-based dental Composite. *J. Appl. Polym. Sci.* 2021; 138(18): 50336-50345
 140. Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit. Rev. Oral Biol. Med.* 2001; 12: 136-151.
 141. Santini A, Gallegos IT, Felix CM. Photoinitiators in dentistry: a review. *Prim. Dent. J.* 2013; 2: 30–33.
 142. Sawicki W, Malejczyk J. *Histologia.* Wyd. 6. Warszawa. Wydawnictwo Lekarskie PZWL, 2012.
 143. Scribante A, Massironi S, Pieraccini G. Effects of nanofillers on mechanical properties of fiber-reinforced composites polymerized with light-curing and additional postcuring. *J. Appl. Biomater. Funct. Mater.* 2015; 13(3): 296–299.
 144. Scribante A, Vallittu P, Özcan M. Fiber-Reinforced Composites for Dental Applications. *Biomed Res. Int.* 2018; 2018: 4734986-4734992
 145. Scribante A, Vallittu PK, Özcan M, Lassila LVJ, Gandini P, Sfondrini MF, Falconi M. Travel beyond Clinical Uses of Fiber Reinforced Composites (FRCs) in Dentistry: A Review of Past Employments, Present Applications, and Future Perspectives. *Biomed Res. Int.* 2018; 2018: 1498901-8

146. Sfondrini MF, Fraticelli D, Castellazzi L, Scribante A, Gandini P. Clinical evaluation of bond failures and survival between mandibular canine-to-canine retainers made of flexible spiral wire and fiber-reinforced Composite. *J. Clin. Exp. Dent.* 2014; 6(2): 145-149
147. Sfondrini MF, Massironi S, Pieraccini G, Scribante A, Vallittu PK, Lassila LV, Gandini P. Flexural strengths of conventional and nanofilled fiber-reinforced composites: a three-point bending test. *Dent Traumatol.* 2014; 30(1): 32-35.
148. Shi I, Fok ASL. Structural optimization of the fibre-reinforced composite substructure in a three-unit dental bridge. *Dent Mater.* 2009; 25(6): 791-801.
149. Shortall AC, Felix CJ, Watts DC. Robust spectrometer-based methods for characterizing radiant exitance of dental LED curing units. *Dent Mater.* 2015; 31: 339-350.
150. Smith DC. Recent developments and prospects in dental polymers. *J Prosthet. Dent.* 1962; 12: 1066-1078.
151. Spazzin A, de Moraes R, Cecchin D, Farina A, Carlini-Júnior B, Correr-Sobrinho L. Morphological analysis of glass, carbon and glass/carbon fiber posts and bonding to self or dual-cured resin luting agents. *J. Appl. Oral Sci.* 2009; 17(5): 476-480
152. Stansbury JW. Curing dental resins and composites by photopolymerization. *J. Esthet. Dent.* 2000; 12: 300–308.
153. Strassler HE, Haeri A, Gultz JP. New generation bonded reinforcing materials for anterior periodontal tooth stabilization and splinting. *Dental Clin North Am.* 1999; 43(1): 105-126.
154. Suzaki N, Yamaguchi S, Hirose N, Tanaka R, Takahashi Y, Imazato S, Hayashi M. Evaluation of physical properties of fiber-reinforced composite resin. *Dent Mater.* 2020; 36(8): 987-996.
155. Suzuki S, Saimi Y, Ono T. Evaluation of a new fiber-reinforced resin composite. *J. Biomed. Mater. Res. Part B Appl. Biomater.* 2006; 76(1): 184-189
156. Tezvergil A, Lassila LVJ, Vallittu PK. The effect of fiber orientation on the polymerization shrinkage strain of fiber-reinforced composites. *Dent Mater.* 2006; 22(7): 610-616.
157. Thingujam JS, Sutanu S. Characterization of Kevlar Fiber and Its Composites: A Review. *Materials Today: Proceedings.* 2015; 2: 1381-1387.

158. Tseng HCh, Rong-Yeu Ch, Chia-Hsiang H. Numerical Prediction of Fiber Orientation and Mechanical Performance for Short/long Glass and Carbon Fiber-reinforced Composites. *Compos Sci Technol.* 2017; 144: 51-56.
159. Tsujimoto A, Barkmeier WW, Takamizawa T, Watanabe H, Johnson W, Latta M, Miyazaki M. Relationship between mechanical properties and bond durability of short fiber-reinforced resin composite with universal adhesive. *Eur. J. Oral Sci.* 2016; 124(5): 480-489.
160. Vallittu PK, Sevelius C. Resin-bonded, glass fiber-reinforced composite fixed partial dentures: a clinical study. *J Prosthet Dent.* 2000; 84(4): 413-418.
161. Vallittu PK. High-aspect Ratio Fillers: Fiber-reinforced Composites and Their Anisotropic Properties. *Dent Mater.* 2014; 31(1): 1-7.
162. Vallittu PK: Survival rates of resin-bonded, glass fiber-reinforced composite fixed partial dentures with a mean follow-up of 42 months: a pilot study. *J Prosthet Dent.* 2004; 91(3): 241-246.
163. van Heumen CC, Kreulen CM, Bronkhorst EM, Lesaffre E, Creugers NH. Fiber-reinforced dental composites in beam testing. *Dent Mater.* 2008; 24(11): 1435-43.
164. van Heumen CCM, Tanner J, van Dijken JWV, Pikaar R, Lassila LVJ, Creugers NHJ, Vallittu PK, Kreulen CM. Five-year survival of 3-unit fiber-reinforced composite fixed partial dentures in the posterior area. *Dent Mater.* 2010; 26(10): 954-960.
165. van Heumen CCM. van Dijken JWV, Tanner J, Pikaar R, Lassila LVJ, Creugers NHJ., Vallittu PK, Kreulen CM. Five-year survival of 3-unit fiber-reinforced composite fixed partial dentures in the anterior area. *Dent Mater.* 2009; 25(6): 820-827.
166. van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007; 28: 3757-3785.
167. Wambua P, Ivens J, Verpoest I. Natural fibres: can they replace glass in fibre-reinforced plastics. *Comp Sci Tech.* 2003; 63: 1259-1264.
168. Wetselaar P, Lobbezoo F, Ahlberg J, Raphael KG, Glaros AG, Kato T, Santiago V, Winocur E, De Laat A, De Leeuw R, Koyano K, Lavigne GJ, Svensson P, Manfredini D. International consensus on the assessment of bruxism: Report of a work in progress. *J Oral Rehabil.* 2018; 45(11): 837-844.

169. Whitters CJ, Strang R, Brown D, Clarke RL, Curtis RV, Hatton PV, Ireland AJ, Lloyd CH, McCabe JF, Nicholson JW, Scrimgeour SN, Setcos JC, Sherriff M, Van Noort R, Watts BC, Wood D. Dental materials: literature review. *J. Dent.* 1999; 27: 401–435.
170. Yadav R, Meena A, Patnaik A. Biomaterials for dental composite applications: A comprehensive review of physical, chemical, mechanical, thermal, tribological, and biological properties. *Polym Adv Technol.* 2022; 33 (6): 1762-1781.
171. Yilmaza G, Laineb Ch, Tinastepeb N, Özyurta G, Türkera K. Periodontal mechanoreceptors and bruxism at low bite forces. *Arch Oral Biol.* 2019; 98: 87-91.
172. Zhaktikamala A, Chengprapakorn W, Serichetaphongse P. Effect of Different Post Materials and Adaptability on Fracture Resistance and Fracture Mode in Human Endodontically Treated Teeth. *Int J Dent.* 2022 4; 9170081
173. Zhang M, Jukka PM. The Effect of Resin Matrix Composition on Mechanical Properties of E-glass Fiber-Reinforced Composite for Dental Use. *J Adhes Sci Technol.* 2011; 25(19): 2687-701.

14. Spis rycin

- Ryc. 1. Podział włókien stosowanych do wzmacniania kompozytów. Kolorem żółtym zaznaczono włókna wykorzystywane w stomatologii (opracowanie własne).
- Ryc. 2. Wytwarzanie włókien szklanych metodą jednostopniową (opracowanie własne).
- Ryc. 3. Model budowy włókien węglowych wytwarzanych z włókien poliakrylonitrylowych (PAN), (źródło:18).
- Ryc. 4. Wzór strukturalny Kevlaru®, (źródło: 27).
- Ryc. 5. Przestrzenna struktura planarna włókna aramidowego i ułożenie makrocząsteczek w płaszczyźnie łańcucha głównego (opracowanie własne).
- Ryc. 6. Rozkład próbek użytych w badaniach.
- Ryc. 7. Schemat dziewięciu serii polimeryzacji jednej strony próbki. Cyframi rzymskimi zaznaczono kolejność przyłożenia końcówki lampy polimeryzacyjnej do powierzchni próbki (opracowanie własne).
- Ryc. 8. Kształt oraz wymiary próbki grupy kontrolnej (opracowanie własne).
- Ryc. 9. Układ warstw w próbce wzmocnionej pojedynczym pasmem włókien sztucznych (opracowanie własne).
- Ryc. 10. Układ warstw w próbce wzmocnionej dwoma pojedynczymi pasmami włókien sztucznych (opracowanie własne).
- Ryc. 11. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy KONT:
a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 12. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL 1:
a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 13. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy WGL 1:
a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 14. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy AMD 1:
a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.

- Ryc. 15. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL-WGL 1:
- a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
 - b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 16. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL-AMD 1:
- a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
 - b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 17. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy WGL-AMD 1:
- a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
 - b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 18. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL 2:
- a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
 - b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 19. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy WGL 2:
- a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
 - b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 20. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy AMD 2:
- a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
 - b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 21. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL-WGL 2:
- a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
 - b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 22. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy SKL-AMD 2:
- a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
 - b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 23. Wyniki testu zginania trójpunktowego próbek grupy WGL-AMD 2:
- a) wykresy siły w funkcji odkształcenia;
 - b) postać zniszczenia próbki, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 24. Obrazy mikroskopowe próbek grupy KONT:
- a) nierówna powierzchnia przełomu z widocznymi cząsteczkami wypełniacza, powiększenie 400-krotne;
 - b) zgląd próbki przedstawiający matrycę z rozproszonymi cząsteczkami wypełniacza, powiększenie 1000-krotne.

Ryc. 25. Obrazy próbek grupy badanej:

- a) zgląd próbki przedstawiający prawidłowe połączenie włókien szklanych z kompozytem, powiększenie 500-krotne;
- b) zgląd próbki przedstawiający prawidłowe połączenie włókien węglowych z kompozytem, powiększenie 500-krotne;
- c) zgląd próbki przedstawiający prawidłowe połączenie włókien aramidowych z kompozytem, powiększenie 500-krotne.

Ryc. 26. Obraz mikroskopowy próbki grupy SKL 1 przedstawiający zjawisko debondingu. Żółtymi strzałkami zaznaczono pęknięcie warstwy granicznej włókna-kompozyt, czerwonymi strzałkami zaznaczono pęknięcia wewnątrz warstwy włókien szklanych, powiększenie 100-krotne.

Ryc. 27. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy WGL 1 przedstawiający zjawisko debondingu. Czerwonymi strzałkami zaznaczono miejsca po włóknach węglowych oderwanych od kompozytu, powiększenie 200-krotne.

Ryc. 28. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy AMD 2 przedstawiający zjawisko debondingu wewnątrz warstwy włókien aramidowych, powiększenie 1000-krotne.

Ryc. 29. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy SKL 2 przedstawiający zjawisko debondingu. Czerwonymi strzałkami zaznaczono pęknięcia wewnątrz warstwy włókien szklanych, powiększenie 200-krotne.

Ryc. 30. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy WGL-AMD 1 przedstawiający zjawisko pęknięcia pierwszej warstwy (FPF). Czerwonymi strzałkami zaznaczono pęknięcie warstwy kompozytu niedochodzące do brzegu próbki, powiększenie 100-krotne.

Ryc. 31. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL-WGL 1 przedstawiający zjawisko pęknięcia warstwy. Czerwoną strzałką zaznaczono pęknięcie pierwszej warstwy kompozytu dochodzące do brzegu próbki. Żółtą strzałką zaznaczono pęknięcie drugiej warstwy kompozytu, powiększenie 50-krotne.

Ryc. 32. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL-WGL 2 przedstawiający zjawisko pęknięcia warstwy kompozytu pomiędzy dwiema warstwami włókien, powiększenie 100-krotne.

- Ryc. 33. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy WGL-AMD 2 przedstawiający zjawisko pęknięcia kilku warstw. Czerwonymi strzałkami zaznaczono pęknięcia kompozytu pomiędzy warstwami włókien. Żółtymi strzałkami zaznaczono pęknięcia na granicy między włóknami oraz na granicy włókna-kompozyt, powiększenie 50-krotne.
- Ryc. 34. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy AMD 2 przedstawiający zjawisko delaminacji, powiększenie 200-krotne.
- Ryc. 35. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL-AMD 1 przedstawiający zjawisko delaminacji (zaznaczono czerwonymi strzałkami) oraz pęknięcia kompozytu (zaznaczono żółtymi strzałkami), powiększenie 50-krotne.
- Ryc. 36. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL 1 przedstawiający zerwane pojedyncze włókna szklane. Żółtymi strzałkami zaznaczono przekroje poprzeczne zniszczonych włókien, powiększenie 1000-krotne.
- Ryc. 37. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy WGL 1 przedstawiający zerwane pojedyncze włókno węglowe. Żółtą strzałką zaznaczono przekrój poprzeczny zniszczonego włókna, powiększenie 1000-krotne.
- Ryc. 38. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy AMD 1 przedstawiający zerwane włókno aramidowe. Żółtą strzałką zaznaczono przekrój poprzeczny zniszczonego włókna, widoczne liczne pęknięcia poprzeczne, powiększenie 1000-krotne.
- Ryc. 39. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL-AMD 2 przedstawiający porównanie zerwanych pojedynczych włókien: szklanego (zaznaczono białą strzałką) oraz aramidowego (zaznaczono żółtą strzałką), powiększenie 1000-krotne.
- Ryc. 40. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy WGL-AMD 1 przedstawiający porównanie zerwanych pojedynczych włókien: węglowego (zaznaczono czerwoną strzałką) oraz aramidowego (zaznaczono żółtą strzałką), powiększenie 1000-krotne.
- Ryc. 41. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy SKL 2 przedstawiający pęcherzyk powietrza wewnątrz warstwy kompozytu. Defekt powstał na etapie kondensacji materiału złożonego, powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 42. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy WGL 1 przedstawiający pęcherzyk powietrza wewnątrz warstwy kompozytu (zaznaczono żółtymi strzałkami). Czerwoną strzałką zaznaczono pęknięcie kompozytu

biegnące od pęcherzyka powietrza do granicy włókna-kompozyt, powiększenie 100-krotne.

- Ryc. 43. Obraz mikroskopowy zglądu próbki grupy SKL 1 przedstawiający pęcherzyk powietrza na granicy włókna-kompozyt (zaznaczono czerwoną strzałką), powiększenie 100-krotne.
- Ryc. 44. Obraz mikroskopowy przełomu próbki grupy WGL 1 przedstawiający wolne przestrzenie niewypełnione materiałem łączącym wewnątrz warstwy włókien, powiększenie 500-krotne.
- Ryc. 45. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL 1 dla parametrów: a) F_{max} ; b) ϵF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 46. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i WGL 1 dla parametrów: a) F_{max} ; b) ϵF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 47. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i AMD 1 dla parametrów: a) F_{max} ; b) ϵF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 48. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL-WGL 1 dla parametrów: a) F_{max} ; b) ϵF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 49. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL-AMD 1 dla parametrów: a) F_{max} ; b) ϵF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 50. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i WGL-AMD 1 dla parametrów: a) F_{max} ; b) ϵF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 51. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL 2 dla parametrów: a) F_{max} ; b) ϵF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 52. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i WGL 2 dla parametrów: a) F_{max} ; b) ϵF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.

- Ryc. 53. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i AMD 2 dla parametrów: a) F_{max} ; b) εF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 54. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL-AMD 2 dla parametrów: a) F_{max} ; b) εF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 55. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i WGL-AMD 2 dla parametrów: a) F_{max} ; b) εF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 56. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę KONT i SKL-WGL 2 dla parametrów: a) F_{max} ; b) εF_{max} ; c) σ ; d) moduł Younga.
- Ryc. 57. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę SKL 1 i SKL 2 dla parametrów: a) εF_{max} ; b) moduł Younga.
- Ryc. 58. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę WGL 1 i WGL 2 dla parametrów: a) F_{max} ; b) σ ; c) moduł Younga.
- Ryc. 59. Ramkowy wykres obrazujący wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę AMD 1 i AMD 2 dla modułu Younga.
- Ryc. 60. Ramkowy wykres obrazujący wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę SKL-AMD 1 i SKL-AMD 2 dla parametru εF_{max} .
- Ryc. 61. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę WGL-AMD 1 i WGL-AMD 2 dla parametrów: a) F_{max} ; b) σ
- Ryc. 62. Ramkowe wykresy obrazujące wyniki analiz z zakresu statystyki opisowej z podziałem na grupę SKL-WGL 1 i SKL-WGL 2 dla parametrów: a) F_{max} ; b) σ ; c) moduł Younga.

15. Spis fotografii

- Fot. 1. Prostopadłościan ze stali nierdzewnej stanowiący wzorcowy kształt próbki.
- Fot. 2. Silikonowa forma (negatyw) wykonana na podstawie metalowego wzorcowego prostopadłościanu służąca do wykonania próbek.
- Fot. 3. Kondensacja materiału kompozytowego przy pomocy nakładacza stomatologicznego.
- Fot. 4. Proces polimeryzacji przy użyciu lampy polimeryzacyjnej. Widoczne mikroskopowe szkiełko podstawowe dystansujące końcówkę lampy od wierzchniej warstwy próbki.
- Fot. 5. Nasączenie wiązki włókien materiałem łączącym.
- Fot. 6. Umieszczenie wiązki włókien na pierwszej warstwie kompozytu.
- Fot. 7. Pokrycie wiązki włókien drugą warstwą kompozytu.
- Fot. 8. Kontrola wymiarów: a) wysokości, b) długości próbki przy użyciu suwmiarki elektronicznej MAUa-E.
- Fot. 9. Przygotowanie próbek do procesu inkludowania.
- Fot. 10. Forma z próbkami z przyklejoną od spodu taśmą węglową przygotowana do obserwacji w SEM.
- Fot. 11. Maszyna wytrzymałościowa Zwick 1435 (Zwick/Roell GmbH & Co. KG, Niemcy) przygotowana do przeprowadzenia testów zginania trójpunktowego.
- Fot. 12. Próbka umieszczona w maszynie Zwick 1435 przed rozpoczęciem TFS.
- Fot. 13. Próbka podczas TFS w maszynie Zwick 1435.
- Fot. 14. Zniszczona próbka po zakończeniu badań TFS w maszynie Zwick 1435.
- Fot. 15. Mikroskop cyfrowy Keyence VHX-900F.

16. Spis tabel

- Tabela I. Charakterystyka włókien zastosowanych w badaniach (dane producentów).
- Tabela II. Maksymalna siła zginająca dla poszczególnych grup z uwzględnieniem minimalnych i maksymalnych wartości, różnicy pomiędzy skrajnymi wartościami, średniej oraz mediany.
- Tabela III. Strzałka ugięcia dla poszczególnych grup z uwzględnieniem minimalnych i maksymalnych wartości, różnicy pomiędzy skrajnymi wartościami, średniej oraz mediany.
- Tabela IV. Wytrzymałość na zginanie dla poszczególnych grup z uwzględnieniem minimalnych i maksymalnych wartości, różnicy pomiędzy skrajnymi wartościami, średniej oraz mediany.
- Tabela V. Moduł Younga dla poszczególnych grup z uwzględnieniem minimalnych i maksymalnych wartości, różnicy pomiędzy skrajnymi wartościami, średniej oraz mediany.
- Tabela VI. Wyniki testów jednorodności wariancji Levene'a pomiędzy grupami dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela VII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL 1 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela VIII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i WGL 1 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela IX. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i AMD 1 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela X. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL-WGL 1 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XI. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL-AMD 1 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i WGL-AMD 1 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XIII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XIV. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i WGL 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.

- Tabela XV. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i AMD 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XVI. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL-AMD 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XVII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL-AMD 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XVIII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą KONT i SKL-WGL 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XIX. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą SKL 1 i SKL 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XX. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą WGL 1 i WGL 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XXI. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą AMD 1 i AMD 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XXII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą SKL-AMD 1 i SKL-AMD 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XXIII. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą WGL-AMD 1 i WGL-AMD 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.
- Tabela XXIV. Wyniki testu Manna-Whitneya między grupą SKL-WGL 1 i SKL-WGL 2 dla parametrów: F_{max} , εF_{max} , σ , moduł Younga.

17. Spis wykresów

Wykres 1. Wykres rozrzutu zależności strzałki ugięcia (ϵF_{\max}) od maksymalnej siły zginającej (F_{\max}).

Wykres 2. Wykres rozrzutu zależności wytrzymałości na zginanie (σ) od maksymalnej siły zginającej (F_{\max}).

Wykres 3. Wykres rozrzutu zależności modułu Younga (E) od maksymalnej siły zginającej (F_{\max}).

18. Opinia Komisji Bioetycznej



Komisja Bioetyczna przy Warszawskim Uniwersytecie Medycznym

Tel.: 022/ 57 - 20 -303
Fax: 022/ 57 - 20 -165

ul. Żwirki i Wigury nr 61
02-091 Warszawa

e-mail: komisja.bioetyczna@wum.edu.pl
www.komisja-bioetyczna.wum.edu.pl

Warszawa, dnia 16.01.2023

AKBE/ A / 2023

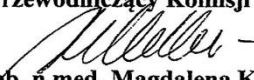
Lek. dent. Bartosz Bienias
Katedra Protetyki Stomatologicznej,
ul. Binieckiego 6
02-097 Warszawa

OŚWIADCZENIE

Niniejszym oświadczam, że Komisja Bioetyczna przy Warszawskim Uniwersytecie Medycznym w dniu 16 stycznia 2023 r. przyjęła do wiadomości informację na temat badania pt., „Analiza porównawcza światłoutwardzalnego materiału złożonego wzmocnionego wybranymi włóknami sztucznymi.”

Przedstawione badanie nie stanowi eksperymentu medycznego w rozumieniu art. 21 ust. 1 ustawy z dnia 5 grudnia 1996 r. o zawodach lekarza i lekarza dentystry (Dz.U. z 2018 r. poz. 617) i nie wymaga uzyskania opinii Komisji Bioetycznej przy Warszawskim Uniwersytecie Medycznym, o której mowa w art. 29 ust. 1 ww. ustawy.

Przewodniczący Komisji Bioetycznej


Prof. dr hab. n.med. Magdalena Kuźma-Kozakiewicz

*niepotrzebne skreślić

19. Załącznik nr 1

Wytyczne dotyczące badań wytrzymałościowych zawarte w normie PN-EN ISO 4049:2019-07

Norma PN-EN ISO 4049:2019-07 (44) została zatwierdzona przez Prezesa Polskiego Komitetu Normalizacyjnego dnia 17 lipca 2019 r. Komitetem krajowym odpowiedzialnym za normę jest Komitet Techniczny nr 283 do spraw Materiałów Stomatologicznych. Niniejsza norma określa między innymi następujące wymagania dotyczące prowadzenia badań wytrzymałościowych stomatologicznych materiałów polimerowych:

1. Podczas przygotowywania próbek oraz przeprowadzania badań wytrzymałościowych należy spełnić odpowiednie warunki oraz ściśle przestrzegać zaleconych parametrów fizycznych.
2. Przygotowanie próbek oraz badania wytrzymałościowe należy przeprowadzać w temperaturze 23 ± 2 °C oraz wilgotności powietrza w zakresie od 30 do 70 %.
3. Podczas przygotowywania próbek oraz ich przechowywania należy używać wody destylowanej o temperaturze 37 ± 1 °C.
4. Badany materiał powinien pochodzić z tej samej serii produkcyjnej.
5. Czas pracy z materiałami do wypełnień nie powinien być krótszy niż 90 sekund.
6. Badany materiał pod wpływem światła z otoczenia powinien pozostać fizycznie jednorodny.
7. Polimeryzację należy przeprowadzać certyfikowaną lampą polimeryzacyjną według zalecanej sekwencji 9 naświetlań, kolejno każdej strony próbki, przez czas określony przez producenta materiału.
8. W przypadku materiałów do wypełnień i do odbudowy głębokość polimeryzacji nie powinna być mniejsza niż 1,5 mm.
9. Po zakończonym procesie polimeryzacji próbka wyjęta z formy powinna być makroskopowo homogenna. Szczeliny, puste przestrzenie oraz nieciągłości nie powinny być widoczne nieuzbrojonym okiem.
10. W celu przeprowadzenia badań wytrzymałościowych należy wykonać 5 próbek.

11. Wzorcowy kształt próbki powinien być wykonany ze stali nierdzewnej i mieć następujące wymiary: $25 \pm 0,1$ mm długości, $2 \pm 0,1$ mm szerokości i $2 \pm 0,1$ mm wysokości.
12. Aby przeprowadzić badania wytrzymałościowe należy użyć certyfikowanej maszyny wytrzymałościowej.
13. Prędkość przesuwu trzpienia obciążającego w maszynie wytrzymałościowej powinna mieścić się w przedziale $0,75 \pm 0,25$ mm/min.
14. Rozstaw podpór w maszynie wytrzymałościowej podczas zginania trójpunktowego powinna wynosić $20 \pm 0,1$ mm.
15. Badanie wytrzymałościowe kończył moment pęknięcia lub złamania próbki.
16. W przypadku materiałów do wypełnień i do odbudowy średnia wytrzymałość na zginanie powinna być większa niż 80 MPa.

