doi:10.3788/gzxb20124105.0528

用布喇格光纤光栅传感器测定口腔复合树脂材料光固化收缩与温度演化特性

刘林[1],叶志清[1],饶春芳[1],胡友德[2],匡芬[1],王燕[1]

(1 江西师范大学 物理与通信电子学院,江西省光电子与通信重点实验室,南昌 330022)

(2 江西省人民医院,南昌 330022)

摘　要:复合树脂材料已成为重要的牙齿美容修复材料.本文利用两种布喇格光纤光栅传感器测定了口腔复合树脂材料在光固化过程中的收缩与温度演化特性.一种为普通的光纤布喇格光栅,另一种为经过了化学镀镍的光纤布喇格光栅,同时埋入复合树脂样品中,用光照射使其固化,测得光纤布喇格光栅在固化过程中温度和应力随时间的演化曲线.实验结果表明,在光固化过程中,因为聚合反应,树脂产生了强烈的收缩应力和温度变化.掌握复合树脂的光固化收缩特性和温度变化特性对不断改良材料性能以及优化口腔材料的治疗效果具有实际意义.

关键词:复合树脂;收缩应力;温度变化;光纤布喇格光栅

中图分类号:TN253　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1004-4213(2012)05-0528-4

0　引言

随着口腔新材料的迅速发展,光固化复合树脂材料已成为牙齿的美容修复新材料.该材料由于颜色逼真,不会变色,粘着力强,抗力效果好,临床上有广泛应用,不仅可以用于着色牙的遮色治疗,还可用于牙体缺损(包括龋病、牙颈部楔形缺损、牙冠折、釉质缺损等)和畸形牙的修复,断牙再接,牙齿间隙关闭,儿童恒牙早失后间隙的保持,预防龋病的点隙裂沟封闭,松动牙的固定等治疗.与银汞合金相比,复合树脂材料的光固化收缩特性和温度特性也限制了它的应用.因此掌握该材料的光固化的收缩特性和温度特性对改良复合树脂口腔材料性能十分重要.本实验采用光纤布喇格光栅(Fiber Bragg Grating,FBG)作为传感器,对复合树脂材料在光固化过程中,由于树脂聚合反应,产生的收缩应力和温度变化进行在线实时测量,得到在光固化过程中应力和温度随时间的演化特性曲线.复合树脂在光固化过程中产生的聚合收缩应力和温度变化影响治疗效果.已经有研究证实在光固化过程中照射的光强越强会导致复合材料的物理和机械特性越好,但该材料在强光长时间作用下,会产生更大的收缩应力[1].有研究表明聚合的收缩应力和牙齿修复的完整性是呈反比关系[2].因此,了解和掌握复合树脂的光固化收缩特性对治疗效果和不断改良材料性能具有重要意义.

许多方法可用来测量复合树脂的收缩应力,例如膨胀剂、应变仪、热机械分析[3],近红外分析法[4]等.但是这些方法都因为存在延时响应等局限性,没有反映实时性,由于同一种复合材料在不同光照条件下会产生不同的收缩应力[5].为解决温度与应力的交叉敏感性,本文采用普通 FBG 和经过化学镀镍的 FBG 同时作为传感器,实时监测复合树脂在光固化过程中的演化特性,通过数值计算实现温度与应力的解调.

1　实验方法

由于 FBG 尺寸小,稳定性好,灵敏度高以及兼容性好等特点[6-10],非常适合作为传感器测量复合树脂材料聚合时的收缩应力和产生的温度变化特性,当 FBG 所处环境的物理量发生变化时会引起 FBG 反射光的中心波长变化,通过测量反射光中心波长的变化就可以获得外界环境参量的变化量.

温度是通过光纤的热膨胀系数以及热光系数引起 FBG 中心波长的偏移.本实验所使用的两种 FBG 传感器,经测量都具有很好的温度线性灵敏度.如图1,

基金项目:国家自然科学基金(No. 60967002)、江西省教育厅科研项目(No. GJJ10401)和江西省自然科学基金(No. 20114BAB205067,No. 20114BAB202003)资助

第一作者:刘林(1989－),女,硕士研究生,主要研究方向为光纤光栅传感器. Email:lliuin0721@163.com

责任作者/导师(通讯作者):叶志清(1960－),男,教授,主要研究方向为光纤光栅传感器、光通信. Email:yezhiqing2008@163.com

收稿日期:2011-10-14;**修回日期**:2012-01-05

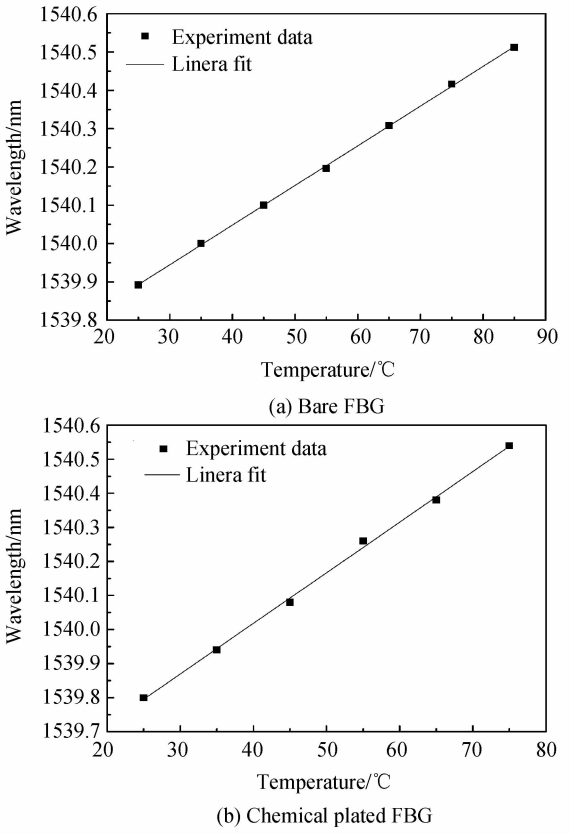

图 1　两种 FBG 的温度灵敏度曲线

Fig. 1　Temperature sensitivity of two kinds of FBG

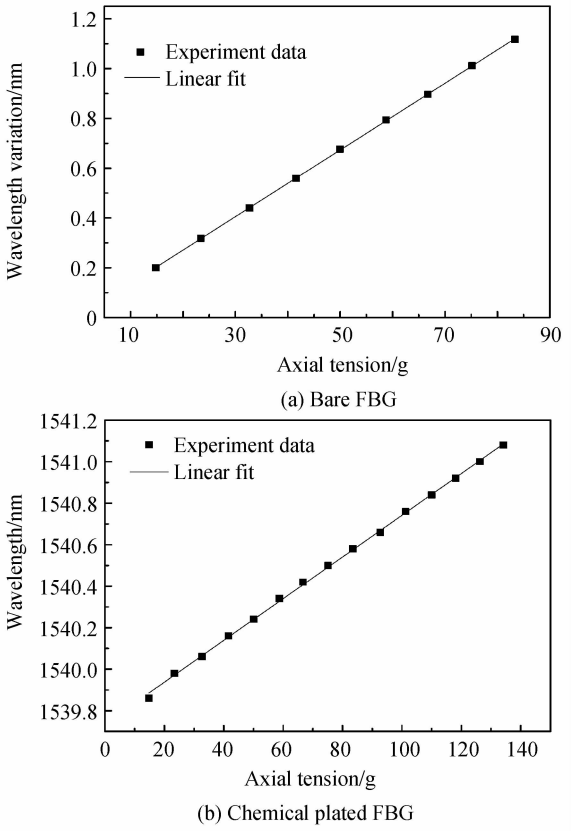

图 2　两种 FBG 的应力灵敏度曲线

Fig. 2　Strain sensitivity of two kinds of FBG

图 1(a)为普通的 FBG 传感器，测得其温度灵敏度为 0.010 36 nm/℃. 图1(b)为经过了化学镀镍的FBG传感器，测得的温度灵敏度为 0.014 86 nm/℃. 应力是通过光纤周期的伸缩以及弹光系数引起的 FBG 中心波长的偏移. 经测量，本实验使用的 FBG 传感应力灵敏度如图 2. 测得普通的 FBG 传感应力灵敏度为 0.01341nm/g. 经过了化学镀镍的 FBG 传感应力灵敏度为 0.010 05 nm/g.

实验采用复合树脂样品为 Densply Spectrum® Composite Restorative Shade A3；Reorder 606.05.303. 提取适量复合树脂材料放在一片载玻片上铺开. 大小为 1×10×10 mm^3. 普通 FBG 传感器与化学镀镍 FBG 传感器同时平放在树脂表面，在其上均匀铺上同等量的树脂，大小为 1×10×10 mm^3. 采用紫外光进行连续照射，照射光源固定在离样品 5 mm 处，垂直于样品表面，如图 3. 在本实验中光照时间为30 s. 光照开始时同时开始测量，室温温度为 28℃.

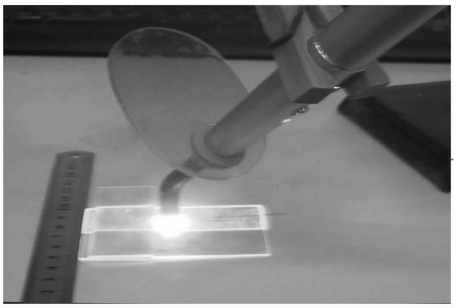

图 3　实验图

Fig. 3　Photo of the experiment

2　结果与讨论

复合树脂光固化实时测量原理如图 4. 宽带光源产生的光通过光耦合器入射到光纤光栅，经过 FBG 反射的光再次通过耦合器传到光谱分析仪. 光谱分析仪记录下经过 10 s 紫外光照射前后 FBG 的反射光谱图，如图 5. 从图中可以看出，由于树脂聚合时产生的收缩应力，FBG 在经过紫外光照射后，中心波长向左漂移，带宽在光照后也急剧展宽.

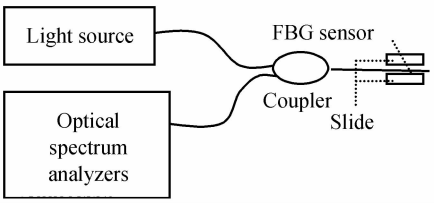

图 4　测量原理图

Fig. 4　Schematic diagram of measurement

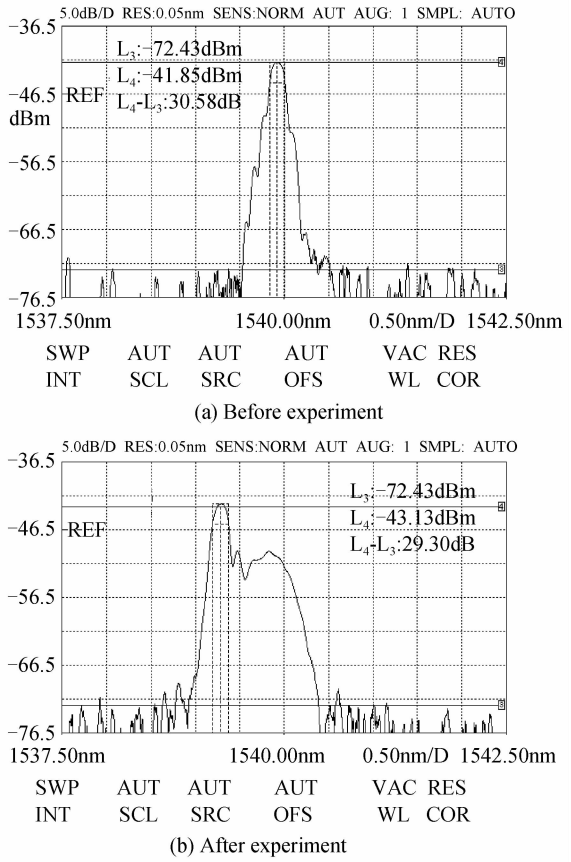

图 5 FBG 反射谱图

Fig. 5 Spectrum of FBG

通过建立和求解(1)式方程组可以得到复合树脂材料收缩应力和温度的变化特性.

$$\begin{cases}\lambda_1-\lambda_{01}=\alpha_1\Delta T+\beta_1\Delta\varepsilon\\ \lambda_2-\lambda_{02}=\alpha_2\Delta T+\beta_2\Delta\varepsilon\end{cases}\tag{1}$$

式中,λ_1,λ_2 分别为两种 FBG 在测量过程中所测得的实时中心波长值,λ_{01},λ_{02} 分别为 FBG 所测得的光照开始之前的初始中心波长值,α_1,α_2 分别为两种 FBG 的温度灵敏度,β_1,β_2 分别为两种 FBG 的轴向应力灵敏度. 由于本实验中 FBG 所受到的为压应力,故应力灵敏度取负值. 通过光纤光栅网络分析仪测得的数据并经过 matlab 软件的计算,得出复合树脂材料的温度和应力随时间的演化曲线. 如图 6 所示,随着光照射,开始聚合反应,应力急剧减小. 在光照 10 s 左右后,因为光照射材料导致的放热反应,温度升高,材料膨胀,使得应力增加. 随后急速的收缩反应,紧随着材料膨胀,应力继续减小,速度放缓当累计的收缩应力超过了热膨胀应力时,热膨胀的作用越来越小,收缩变得明显[2]. 在停止照射之前应力急剧减小. 结果表明复合树脂材料的聚合反应导致收缩应力. 由于室温较高,在光照初期复合树脂的温度仅有轻微的升高,应力也轻微的增大,开始时的热膨胀并不明显. 在连续监测 40 min 左右,温度和应力都有一次突然的增大,可能是因为树脂内部构造的缺陷或者 FBG 和复合树脂之间有轻微的两体分离所导致[11]. 在测量后期,温度和应力的变化都趋于稳定.

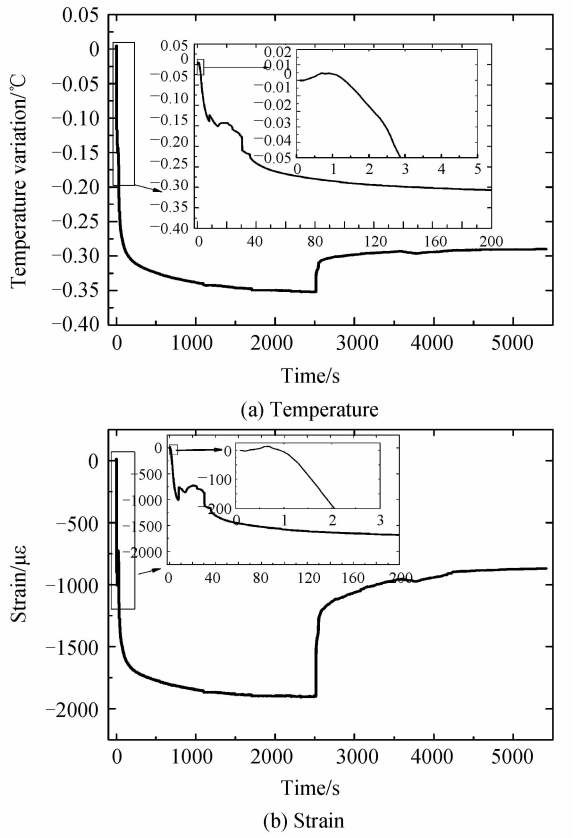

图 6 温度和应力随光照时间的演化曲线

Fig. 6 Temperature and strain evaluation curve with curing time

3 结论

本实验采用两种 FBG 传感器对复合树脂材料在光固化过程中的聚合收缩应力和温度变化进行实时测量,得到应力和温度随时间的演化曲线. 这对于改良和合理应用复合树脂口腔材料具有实际意义.

参考文献

[1] EMAMI N, SODERHOLM K M, BERGLUND L. Effect of light power density variations on bulk curing properties of dental composites[J]. *Journal of Dentistry*, 2003, **31**(3): 189-196.

[2] ANTTILA E J, KRINTILA O H, LAURILA T K, *et al*. Evaluation of polymerization shrinkage and hydroscopic expansion of fiber-reinforced biocomposites using optical fiber Bragg grating sensors[J]. *Dental Materials*, 2008, **24**(12): 1720-1727.

[3] SAKAGUCHI R L, WITBANK B D, SHAH N C. Critical configuration analysis of four methods for measuring polymerization shrinkage strain of composites[J]. *Dental Materials*, 2004, **20**(4): 388-396.

[4] LU H, STANSBURY J W, BOWMAN C N. Towards the elucidation of shrinkage stress development and relaxation in dental composites[J]. *Dental Materials*, 2004, **20**(10): 979-986.

[5] WATTS D C, MAROUF A S, ALHINDI A M. Photo-

polymerization shrinkage-stress kinetics in resin-composites: methods development[J]. *Dental Materials*, 2003, **19**(1): 1-11.

[6] TANG Da-qing, YANG De-xing, LIAO Wei, *et al*. Joystick transducer based on fiber Bragg gating[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2010, **39**(11): 1993-1997.
汤大卿，杨德兴，廖威，等. 光纤光栅式飞机驾驶杆杆力传感器研究[J]. 光子学报，2010，**39**(11)：1993-1997.

[7] SUN Wei-sheng, SHI Jie-long, CHEN Yuan-yuan, *et al*. Temperature characteristics of long period fiber gratings contained high temperature resistant coating layer[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2011, **40**(10): 1490-1493.
孙伟胜，施解龙，陈园园，等. 含耐高温涂覆层长周期光纤光栅的温度特性研究[J]. 光子学报，2011，**40**(10)：1490-1493.

[8] YU You-long, TAN Ling, ZOU Li-gang, *et al*. Piezoelectric ceramic characteristics using fiber grating sensor[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2011, **40**(7): 994-997.
余有龙，谭玲，邹李刚，等. 用光纤光栅传感器研究压电陶瓷的特性[J]. 光子学报，2011，**40**(7)：994-997.

[9] CAI Han-li, HU Wen-bin, ZHANG Yan-xiao, *et al*. A fiber Bragg grating sensor of steel corrosion at different humidities [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2011, **40**(5): 690-693.
蔡汉莉，胡文彬，张艳晓，等. 光纤光栅锈蚀传感器在不同湿度下的特性研究[J]. 光子学报，2011，**40**(5)：690-693.

[10] LI Dong-sheng, HUO Zhi-pu. Digital demodulation method for fiber Bragg grating sensors based on signal autocorrelation principle[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2008, **37**(5): 914-917.
李东升，霍志璞. 基于信号自相关原理的光纤光栅数字解调方法[J]. 光子学报，2008，**37**(5)：914-917.

[11] KIM S H, WATTS D C. Exotherm behavior of the polymer-based provisional crown and fixed-partial denture materials [J]. *Dental Materials*, 2004, **20**(4): 383-387.

Evaluation of Shrinkage Stress and Exotherm during Light-curing of Dental Resin Composites

LIU Lin[1], YE Zhi-qing[1], RAO Chun-fang[1], HU You-de[2], KUANG Fan[1], WANG Yan[1]

(1 *School of Physics Electronics Telecommunication of Jiangxi Normal University, Key Laboratory of Photoelectronics & Telecommunication of Jiangxi Province, Nanchang* 330022, *China*)

(2 *Jiangxi People's Hospital, Nanchang* 330022, *China*)

Abstract: Light-cured composite resin is an important material in densitry for beauty and restoration. Fiber Bragg gratings (FBG) is used to determine composite resin shrinkage during the light-curing. Because FBGs are both sensitivity to temperature and strain, two different kinds of FBGs were used to calculate the temperature and strain respectively. One of the FBG was bare, and the other was chemical plated FBG, both of which were embedded in one sample of resin simultaneously. LED light source was used for light curing. Real time changes of temperature and shrinkage strain were gained. The experiments showed that the resin expressed strong shrinkage strain and temperature variation because of the polymerization reaction during the curing. The results are helpful for understanding the shrinkage and temperature change of the materials and improving more prefecable treatment effect.

Key words: Composite resin; Shrinkage strain; Temperature variation; Fiber Bragg grating