

УДК 666.94:666.1:543.554.6]:544.778.4

*Я.І. Вахула, І.В. Луцюк***СТРУКТУРНО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ КОМПОЗИТІВ ДЛЯ СКЛОІОНОМЕРНИХ ЦЕМЕНТІВ НА ОСНОВІ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ПОРОШКІВ****Національний університет «Львівська політехніка», м. Львів, Україна**

Досліджено закономірності синтезу порошків вапняно-фосфатно-лужносілікатної системи, призначеної для використання у складах склоіономерних цементів, із застосуванням золь-гель технології. З метою покращення експлуатаційних характеристик композитів встановлено доцільність модифікування базового складу порошків оксидами барію та літію. Виконано порівняльний аналіз впливу рідкої фази – сумішей органічних карбонових кислот (акрилової, винної, малеїнової та ітаконової) – на формування структури та властивості композитів за умов варіювання співвідношення «порошок:рідина» у межах від 1:0,5 до 1:2. Встановлено, що зі збільшенням вмісту рідкої фази зростає тривалість тверднення композитів. Істотне сповільнення процесу тверднення спостерігається у системах із використанням ітаконової кислоти, що, ймовірно, зумовлено зміною механізмів хімічної взаємодії між компонентами. Результати випробувань композитів на міцність показали поступове й синхронне зростання цього показника для всіх досліджуваних композицій протягом процесу тверднення, що вказує на ефективне структуроутворення в полімер-неорганічній матриці. Композити, модифіковані оксидами барію та літію, характеризуються вищими показниками міцності та водостійкості, що свідчить про перспективність їхнього використання у вологому середовищі. За результатами електронно-мікроскопічного аналізу встановлено, що через 24 доби тверднення відбувається повне вивільнення кальційсилікатної фази та формування однорідної структури з незначним поверхневим рельєфом, морфологічно подібної до дентиноподібної тканини.

Ключові слова: хімічні технології, золь-гель технологія, модифікування, склоіономерний цемент, міцність, мікроструктура поверхні.

DOI: 10.32434/0321-4095-2025-160-3-157-163**Вступ**

Прагнення створити пломбувальні матеріали з удосконаленими властивостями, які поєднували б оптимальні маніпуляційні характеристики з високою механічною міцністю, властивою фосфатним і силікатним цementsам, а також здатністю забезпечувати адгезію до тканин зуба, зумовило розроблення полікарбоксилатних цементів наприкінці 60-х років ХХ століття. Порошкова фаза цих матеріалів складалася переважно з цинк оксиду з введенням оксидів, гідроксидів та солей інших металів, а рідкою фазою

служував 30–50%-й водний розчин поліакрилової кислоти з високою в'язкістю. Полікарбоксилатні цементи стали першими пломбувальними матеріалами, що характеризувалися високою адгезією до тканин зуба. Однак їх використання обмежувалося низькими механічними властивостями та незадовільними естетичними характеристиками [1].

Подальші дослідження привели до виникнення нового класу цементів, що стали логічним продовженням розроблення цинк-полікарбоксилатних цементів і були вперше описані А.Д. Вілсоном та Б.Е. Кентом [2]. Ці матеріали

© Я.І. Вахула, І.В. Луцюк, 2025



This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Structural and mechanical properties of composites for glass ionomer cements based on sol-gel powders

відрізнялися заміною порошкової фази, що містила цинку оксид, на тонко подрібнене фторалюмосилікатне скло, що суттєво покращувало їх характеристики [3]. Матеріали, що поєднували адгезивні властивості цинк-полікарбоксилатних цементів із вмістом фтору та прийнятними естетичними характеристиками силікатних цементів, отримали назву склоіономерних цементів (СІЦ) і отримали визнання в стоматології.

Склоіономерні цементи є композитними матеріалами, що поєднують властивості як силікатних, так і полікарбоксилатних цементів. Класичний СІЦ є двофазною системою, яка складається з порошкової та рідкої фаз. Порошкова фаза СІЦ містить кальційалюмосилікатне скло з включенням кристалізованих крапель кальцій фториду. В додаток до основних компонентів, такі добавки як AlPO_4 визначають механічну стабільність матеріалу та сприяють його здатності до полірування, а Al_2O_3 і NaF збільшують його кислотостійкість. Рентгеноконтрастність досягається за рахунок введення до складу порошку солей барію, стронцію та інших елементів [4]. Рідка фаза СІЦ містить поліакрилову кислоту або її кополімери з ітаконовою або малеїноювою кислотою в концентрації 45–50%, хоча в аква-СІЦ рідкою фазою може бути дистильована вода або винна кислота.

Склоіономерні цементи характеризуються високими фізико-механічними властивостями. Їх міцність на стиск з часом поступово зростає, досягаючи значень 90–180 МПа через 24 години після замішування, а міцність на згин коливається в межах 6–8 МПа. Модуль пружності матеріалу становить приблизно 7 МПа. Крім цього, склоіономерні цементи мають низьку розчинність у воді, що забезпечує їх хорошу стабільність у порожнині зуба. Однак, під впливом повітря в порожнині рота, цементи схильні до пересихання та утворення тріщин. З метою запобігання руйнування поверхні матеріалу, рекомендується покривати його спеціальними лаками [5]. Склоіономерні цементи не спричиняють подразнення пульпи та мають високу адгезію (до 8–12 МПа) до стінок порожнини зуба. Тривале дифузійне вилугування фторидів із склоцементу (приблизно 1 рік) та їхня абсорбція емаллю і дентином забезпечують протикаріозний ефект, що зумовило широке застосування склоіономерних цементів як ізолювальних прокладок під постійні пломби з інших матеріалів.

Мета даної роботи — розроблення оптимального складу склопорошку для склоіономерних цементів, визначення концентрацій та співвідношень

полікислот, а також оцінювання міцності композицій та їхньої структури під час тверднення.

Матеріали та методи досліджень

Для одержання порошків систем $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{P}_2\text{O}_5-\text{SiO}_2$ та $\text{Na}_2\text{O}-\text{Li}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{BaO}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{SiO}_2$ як вихідні реагенти були використані: гідролізат ЕТС-40, NaNO_3 (марка ч), NaH_2PO_4 (марка ч.д.а.), $\text{LiNO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (марка ч.), $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (марка ч.), $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ (марка ч.д.а.), H_3BO_3 (марка ч.д.а.). Гідроліз ЕТС-40 здійснювався відповідно до розробленої методики, описаної в роботі [6]. Як кислотний каталізатор використовувалася концентрована нітратна кислота (марка х.ч.) у кількості 0,6 мас.% відносно сумарної кількості етилсилікату і води. Така концентрація забезпечує стабільне значення рН розчину в межах 1–2, що є оптимальним для забезпечення ефективного гідролізу та утворення необхідної гелевої структури.

Для приготування однорідних золів були розраховані наважки солей металів і борної кислоти, враховуючи їхню розчинність у дистильованій воді. Змішування компонентів здійснювалось в стехіометричних пропорціях за кімнатної температури для досягнення максимальної гомогенності системи. Поступове введення одержаного розчину до гідролізату етилсилікату забезпечувало рівномірний розподіл компонентів та полегшувало процес утворення гелю. Процес інтенсифікували за допомогою перемішування на магнітній мішалці протягом 30 хв для досягнення стабільної конденсації гідролізату. Після цього розчин залишали на «дозрівання» до повного переходу в гель, який потім сушили за температури $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$ до утворення ксерогелю.

Для одержання композитних матеріалів використовували ненасичені карбонові кислоти, а саме акрилову, малеїнову, ітаконову та винну з концентрацією 35%. Ці кислоти обрані на основі їх здатності до полімеризації, а також здатності взаємодіяти з компонентами склопорошків для утворення стабільних і міцних матеріалів [7,8].

Приготування композиту на основі склопорошків

Формування зразків у вигляді кубиків розмірами $0,7 \times 0,7 \times 0,7$ см здійснювалося через 3–5 хв після початку замішування композиту за досягнення ними пластичної консистенції. Тверднення композиту відбувалося за кімнатних умов: температура $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ та відносна вологість $(65 \pm 5)\%$, що є стандартними умовами для забезпечення контролю за процесом полімеризації та досягнення бажаних фізико-механічних властивостей. Розформовування зразків здійсню-

валося через 2 год після початку замішування, коли матеріал набував стабільності та достатньої твердості для подальшого аналізу.

Для оцінювання стабільного стану і водостійкості композитів зразки занурювали в ємність із дистильованою водою за різних температур води (5, 18 та 37°C) на 0,5, 12 та 24 год. Протягом цього часу проводили візуальне спостереження для виявлення змін у цілісності зразків та утворення осаду на дні ємності, що може свідчити про нестабільність матеріалу в умовах водного середовища і його руйнування.

Для оцінювання динаміки зміни механічних властивостей композиту залежно від часу і умов зберігання, що є важливим для характеристики його довгострокової експлуатаційної надійності, міцність зразків на стиск визначали в різні проміжки часу: через 2 та 12 год, а також через 1, 6, 20 та 24 доби після замішування композиту.

Результати та обговорення

При виборі складу порошків орієнтувались на результати досліджень авторів [9], які вказують, що молярне співвідношення $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ є важливим чинником, що впливає на мікроструктуру та морфологію золь-гель порошків кальцієвофосфатної системи. Це співвідношення має безпосередній вплив на властивості біоскла в системі SiO_2 – CaO – P_2O_5 . Варто зазначити, що зі збільшенням вказаного співвідношення від 4,75 до 19,0 спостерігаються суттєві зміни в перебігу процесів під час термічного оброблення матеріалів. Ці результати підтверджуються ходом кри-

вих диференціального термічного аналізу (ДТА).

З результатів досліджень [10] випливає, що оптимальне співвідношення $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ становить 2. Тому для подальших досліджень було вибрано базовий склад порошку СП1. Модифікування цього порошку оксидами літію та барію, де Li_2O підвищує хімічну стійкість, а BaO – рентгеноконтрастність, дало змогу розробити склад СП2. Склади золь-гель порошків наведені в табл. 1.

Для оцінювання маніпуляційних характеристик реставраційного матеріалу, визначення оптимального вмісту кислот та їх співвідношення було розроблено дві серії композитів (табл. 2).

Встановлено характер впливу співвідношення порошок:рідина на тривалість тверднення композитів СП1 та СП2 (рис. 1). Порівняльний аналіз результатів досліджень процесу замішування композитів показав, що час тверднення зростає зі збільшенням кількості рідини в обох складах композитів. Однак варто зазначити, що для композиту СП1 спостерігається значний приріст часу тверднення за збільшення співвідношення порошок:рідина. Так, час тверднення композиту СП1 за співвідношення 1:0,5 становить 3 хв, а за 1:1 він збільшується в 5 разів і становить 15 хв. Це можна пояснити зміною в динаміці утворення гідратних фаз за більшої кількості рідини, що спричиняє сповільнення процесу тверднення через зменшення концентрації цементних частинок у розчині. Подальше збільшення кількості рідини у складі композиту незначно підвищує тривалість тверднення, яка становить 17 і 20 хв за співвідно-

Таблиця 1

Склади золь-гель порошків

Зразок	Вміст оксидів, мас. %						
	SiO_2	CaO	Na_2O	Li_2O	BaO	B_2O_3	P_2O_5
СП1	50	20	10	–	–	10	10
СП2	50	20	10	5	5	–	10

Таблиця 2

Склади СПЦ на основі скла СП1 і СП2

Шифр зразка	Співвідношення порошок:рідина	Вміст кислоти, мас.ч.			
		акрилова	малеїнова	винна	ітаконова
скло складу СП1					
СП1-1	1:0,5	0,23	0,23	0,04	—
СП1-2	1:1	0,28	0,28	0,44	—
СП1-3	1:1,5	0,65	0,65	0,20	—
СП1-4	1:2	0,86	0,86	0,28	—
скло складу СП2					
СП2-1	1:0,5	0,15	0,15	0,15	0,05
СП2-2	1:1	0,30	0,30	0,15	0,25
СП2-3	1:1,5	0,45	0,45	0,20	0,40
СП2-4	1:2	0,65	0,65	0,20	0,50

шення порошок:рідина=1:1,5 і 1:2, відповідно. Це свідчить про те, що після певного порогу кількість рідини у складі композиту не впливає значно на кінетичні характеристики процесу, хоч збереження оптимальної консистенції є важливим для забезпечення рівномірності реакцій тверднення.

Подібна закономірність збільшення часу тверднення з підвищенням кількості рідини спостерігається для композиту на основі СП2. Проте він твердне довше за композит СП1 за всіх співвідношень порошок:рідина. При цьому початкове значення часу тверднення для СП2 становить 12 хв, що значно більше порівняно з СП1. Це можна пояснити додатковим вмістом ітаконової кислоти у складах цих цементів. Такі зміни у складі можуть впливати на хімічні реакції, що відбуваються під час тверднення, оскільки різні види кислот можуть по-різному взаємодіяти з компонентами цементної системи, уповільнюючи процес гідратації та утворення твердої структури.

Відомо, що міцність склоіономерних цементів залежить від багатьох чинників, зокрема, технологічного процесу приготування цементу, співвідношення порошок:рідина, концентрації полікислот, розмірів частинок скляного порошку та віковими змінами зразків. Особливо важливою є залежність міцності від співвідношення порошок:рідина, яке визначає кінцеві властивості матеріалу. Зміни цих параметрів разом із концентрацією полікислот сприяють зростанню міцності на стиск, що є важливим показником для оцінювання ефективності використання таких цементів.

Цементи, що містять акрилову та малеїнову кислоти, демонструють збільшення міцності на стиск до досягнення певної стадії тверднення, після чого спостерігається зниження швидкості структуроутворення та стабілізація рівноважного значення міцності. Міцність на стиск є однією з

основних характеристик цих матеріалів, оскільки процес стиснення спричиняє складне руйнування зразка в усіх напрямках.

Під час визначення міцності зразків одночасно здійснювалось спостереження за характером їх руйнування, що є критично важливим чинником під час експлуатації та можливий заміні пломбувального матеріалу. Всі зразки під час руйнування продемонстрували чітко виражений і гладкий характер зламу. Це дає підстави стверджувати, що досліджувані композити мають потенціал для застосування їх як склоіономерних цементів у різних областях стоматології.

Важливою особливістю зразків серії СП1 є відсутність у їх складах ітаконової кислоти. Витримування цих зразків у воді, призводить до розмивання їх ребер і граней, а утворений осад за складом відповідає складу порошоків. Це вказує на необхідність коригування складу зразків для забезпечення стабільності матеріалів.

З огляду на це, кращими показниками характеризуються склади серії СП2, які є пластичними після замішування і мають оптимальний робочий час та гладку поверхню після затвердіння.

Встановлено, що для композитів серії СП1 характерне поступове зростання міцності на стиск зі збільшенням часу тверднення, що відповідає загальним закономірностям структуроутворення цементних матеріалів (рис. 2). На початкових стадіях (0,5–6 діб) спостерігається відносно низька міцність на стиск для всіх складів, що пояснюється неповним завершенням процесів гідратації та полімеризації. При цьому композит складу СП1-4 виявляє найвищі значення міцності на стиск у ранні терміни (до 108 МПа на 6-ту добу), що може бути зумовлено особливостями хімічного складу.

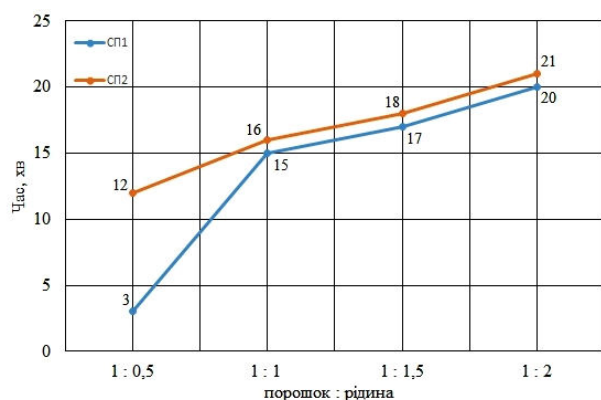


Рис. 1. Залежність тривалості тверднення композитів від співвідношення порошок:рідина

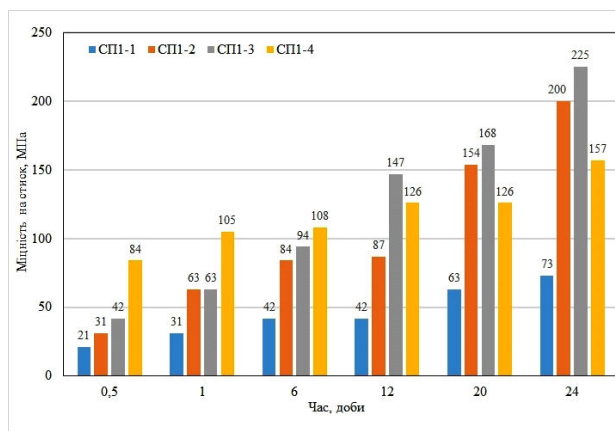


Рис. 2. Залежність міцності на стиск композитів складів серії СП1 від часу тверднення

Міцність зразків всіх складів серії СП1 до 12 доби синхронно збільшується. Максимальна міцність в цей період спостерігається для зразка СП1-3, яка зростає порівняно з ододобовою витримкою в 2,3 рази.

Після 12 діб тверднення відбувається інтенсивне зростання міцності, особливо для складів СП1-2 та СП1-3. Зокрема, СП1-3 досягає максимальної міцності на 24-ту добу (225 МПа), що є найвищим серед досліджуваних зразків. Також значне зростання міцності спостерігається для СП1-2 (200 МПа).

Склад СП1-1 має найнижчі значення міцності на стиск упродовж усього часу тверднення, хоч також характеризується зростанням цього показника від 21 МПа на 0,5 доби до 73 МПа на 24 доби.

Зразки серії СП2 на початку зберігання набирають міцність аналогічно зразкам серії СП1, лише на 20 добу спостерігається різкий приріст міцності, особливо для зразків СП2-3 і СП2-4 (рис. 3). На 24 добу їх міцність становить 252 та 242 МПа, відповідно.

Аналіз отриманих результатів дає змогу зробити висновок, що внаслідок полімеризації компонентів в зразках обох серій, міцність на стиск з часом збільшується. Проте порівняння залежностей міцності для зразків на основі скла СП2-1 та СП2-2 свідчить про вищі показники для скла СП2-2.

В цілому, порівнюючи залежності міцності на стиск композитів складів СП1 та СП2 (рис. 2 і 3), можна стверджувати, що хімічний склад склопорошку СП2 є більш ефективним і забезпечує вищий комплекс властивостей, порівняно зі склопорошком СП1. Це пояснюється наявністю оксидів барію (BaO) та літію (Li_2O), які, своєю чергою, пом'якшують скло, що призводить до збільшення пружності композитів на їх основі.

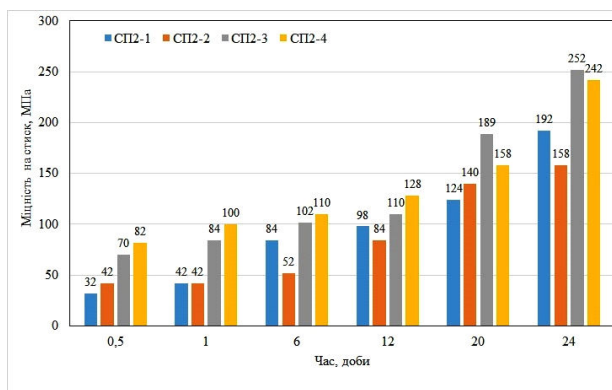


Рис. 3. Залежність міцності на стиск композитів складів серії СП2 від часу тверднення

Отримані результати свідчать про значний вплив складу матеріалу на механічні характеристики цементних композитів, зокрема на приріст міцності. Високі значення міцності для певних складів можуть бути пов'язані з більш ефективним процесом структуроутворення, що потребує подальших досліджень механізмів гідратації та полімеризації в цих системах.

Для зразка СП2-3 було здійснено дослідження структури поверхні через 0,5 год, 6 та 24 доби після тверднення. Результати мікроскопічного аналізу структури поверхні зразка наведені на рис. 4.

Структура поверхні композиту через 0,5 год після тверднення характеризується наявністю голчастих утворень розміром до 9,2 мкм, що свідчить про наявність непрореагованих зерен склопорошку. Крім того, спостерігаються округлі утворення розміром приблизно 2,2 мкм, що вказує на початок процесу полімеризації, або ініціалізацію полімерної складової. Між зернами розміром 0,5–2,0 мкм виявлено субстанцію, що відповідає процесу гелеутворення гідролізованого склопорошку, що є індикатором активного хімічного реагування компонентів.

У структурі поверхні зразка на шосту добу після замішування спостерігаються деякі зміни. Так, має місце наявність значної кількості дрібних округлих частинок розміром до 2,3 мкм, а також окремих голчастих кристалів у значно меншій кількості. Це свідчить про процес обростання поверхні зразка полімерним ланцюгом, що супроводжується частковим заміщенням та вивільненням кальційсилікатної складової. Крім цього, спостерігається обростання непрореагованих зерен порошку апатитовими мінералами, що виявляється у згладжуванні голчастих утворень та покращенні мікроструктури матеріалу.

Через 24 доби після замішування спостерігається повне вивільнення кальційсилікатної складової. Це стає очевидним, оскільки замість окремих зерен утворюється суцільна структура з легким рельєфом. Поверхня зразка набуває вигляду, подібного до поверхні дентину, що підтверджує високу схожість із природними матеріалами, властивими для стоматологічних застосувань.

На основі детального аналізу отриманих мікрофотографій можна зробити висновок, що обраний склад композиту відповідає класу «склоіономерний цемент». Процеси тверднення та полімеризації відбуваються повністю по всьому об'єму матеріалу, забезпечуючи стабільність та оптимальні властивості для використання в

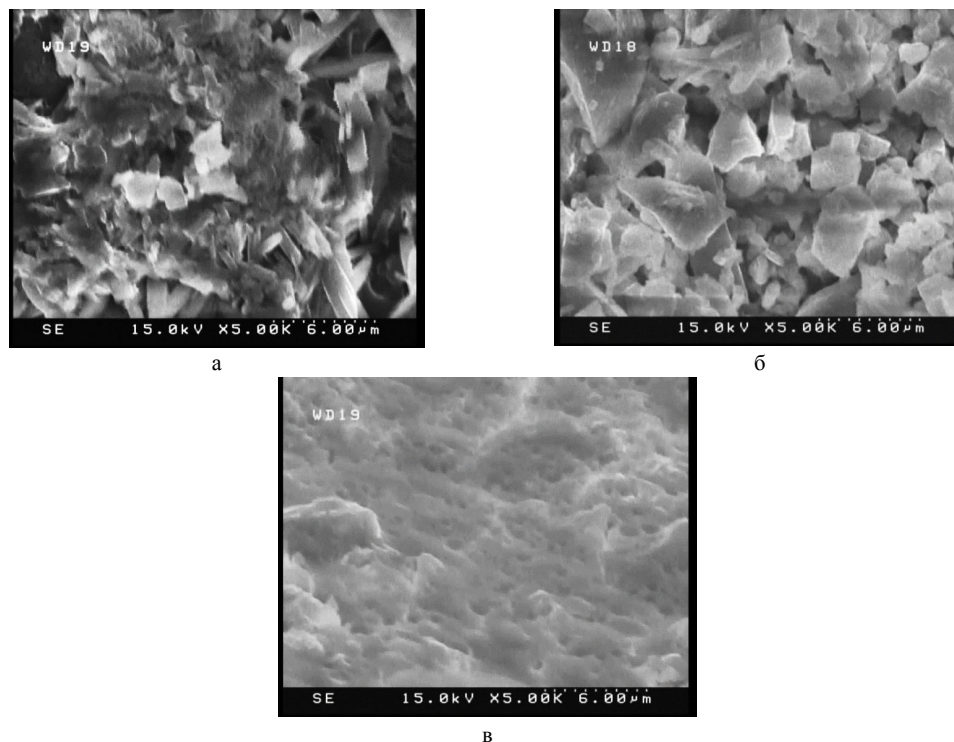


Рис. 4. Структура поверхні затверділого склоіономерного цементу після замішування через:
а – 0,5 год; б – 6 діб; в – 24 доби

стоматології. Це свідчить про ефективність і доцільність застосування такого матеріалу для виготовлення реставраційних цементів у стоматологічній практиці.

Висновки

Порошки двох складів були одержані за допомогою золь-гель технології, що дозволяє досягти високої дисперсії частинок та контролювати хімічний склад матеріалу. Процес тверднення порошків залежить від типу, вмісту та концентрації карбонових кислот, що використовуються в процесі замішування композиту. Встановлено, що наявність ітаконової кислоти є необхідною умовою для ефективної полімеризації, що забезпечує досягнення необхідної міцності композитів. Ітаконова кислота сприяє утворенню полімерної матриці, що дозволяє покращити механічні властивості матеріалу. Водночас, винна кислота має важливий вплив на естетичні характеристики композиту, оскільки поліпшує зовнішній вигляд матеріалу, надаючи йому більш однорідну та привабливу текстуру.

Оптимальне співвідношення порошок:рідина, яке забезпечує нормативний час тверднення, знаходиться в межах від 1:1 до 1:2, що дозволяє забезпечити стабільність процесу і отримати матеріал із необхідними фізико-механічними властивостями.

Після процесу тверднення структура поверхні композиту набуває характеристик, подібних до поверхні дентину, що є важливим чинником для стоматологічних застосувань. Це дозволяє забезпечити високу адаптацію до природних тканин зуба та покращити естетичні результати реставрацій.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. *Surface studies on glass powders used in commercial glass-ionomer dental cements* / Wawrzynczak A., Klos J., Nowak I., Czarnecka B. // *Molecules*. – 2021. – Vol.26. – No. 17. – Art. No. 5279.
2. *Kent B.F., Wilson A.D. Dental silicate cements: VIII. Acid-base aspect* // *J. Dent. Res.* – 1969. – Vol.48. – No. 3. – P.412-418.
3. *Sidhu S.K., Nicholson J.W. A review of glass-ionomer cements for clinical dentistry* // *J. Funct. Biomater.* – 2016. – Vol.7. – Art. No. 16.
4. *Fareed M.A., Stamboulis A. Nanoclay addition to conventional glass ionomer cements: influence on physical properties* // *Eur. Dent. J.* – 2014. – Vol.8. – P.456-463.
5. *Evaluation of glass ionomer cements properties obtained from niobium silicate glasses prepared by chemical process* / Bertolini M.J., Palma-Dibb R.G., Zaghet M.A., Gimenes R. // *J. Non-Cryst. Solids*. – 2005. – Vol.351. – P.466-471.

6. Catalytic action of nitric acid on the hydrolysis of ETS-40 ethyl silicate / Lutsyuk I., Vakhula Ya., Tupis I., Iliuchok I. // *Chem. Chem. Technol.* – 2021. – Vol.15. – No. 4. – P.475-478.

7. Glass-ionomer cement formulations. II. The synthesis of novel polycarboxylic acids / Crips S., Kent B.E., Lewis B.G., Ferner A.J., Wilson A.D. // *J. Dent. Res.* – 1980. – Vol.59. – No. 6. – P.1055-1063.

8. Czarnecka B., Klos J., Nicholson J.W. The effect of ionic solutions on the uptake and water-binding behaviour of glass-ionomer dental cements // *Ceramics–Silikaty.* – 2015. – Vol.59. – No. 4. – P.292-297.

9. Ahmadi S.M., Behnamghader A., Asefnejad A. Sol-gel synthesis, characterization and in vitro evaluation of $\text{SiO}_2\text{--CaO--P}_2\text{O}_5$ bioactive glass nanoparticles with various $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ ratios // *Dig. J. Nanomater. Biostructures.* – 2017. – Vol.12. – No. 3. – P.847-860.

10. Аналіз фазових перетворень модифікованих силікатних ксерогелів під час термічного оброблення / Вахула Я.І., Луцьок І.В., Тупіс І.М., Гавришкевич Я.І. // *Питання хімії та хім. технолог.* – 2022. – № 4. – С.11-17.

Надійшла до редакції 26.01.2025

STRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF COMPOSITES FOR GLASS IONOMER CEMENTS BASED ON SOL-GEL POWDERS

Ya.I. Vakhula, I.V. Lutsyuk *

Lviv Polytechnic National University, Lviv, Ukraine

* e-mail: ira_lutsuk@ukr.net

The synthesis patterns of powders in the calcium–phosphate–alkali silicate system, intended for use in glass ionomer cement formulations, were investigated using sol-gel technology. To enhance the performance characteristics of the resulting composites, the feasibility of modifying the base powder composition with barium and lithium oxides was confirmed. A comparative analysis was carried out to evaluate the influence of the liquid phase – comprising mixtures of organic carboxylic acids (acrylic, tartaric, maleic, and itaconic acids) – on the formation of structure and properties of the composites, under varying powder-to-liquid ratios ranging from 1:0.5 to 1:2. It was found that increasing the liquid content led to a longer setting time of the composites. A significant delay in setting was observed in systems containing itaconic acid, likely due to changes in the chemical interaction mechanisms between the components. Strength testing of the composites demonstrated a gradual and synchronous increase in mechanical performance across all compositions during the setting process, indicating effective structure formation within the polymer–inorganic matrix. Composites modified with barium and lithium oxides exhibited higher strength and water resistance, suggesting their suitability for application in moist environments. According to scanning electron microscopy analysis, complete release of the calcium silicate phase and the formation of a homogeneous structure with minimal surface relief occurred after 24 days of setting. The resulting morphology closely resembled dentin-like structures.

Keywords: chemical technologies; sol–gel technology; modification; glass ionomer cement; strength; surface microstructure.

REFERENCES

1. Wawrzynczak A., Klos J., Nowak I., Czarnecka B. Surface studies on glass powders used in commercial glass-ionomer dental cements. *Molecules.* 2021; 26: 5279. doi: 10.3390/molecules 26175279.

2. Kent BF, Wilson AD. Dental silicate cements: VIII. Acid-base aspect. *J Dent Res.* 1969; 48(3): 412-418. doi: 10.1177/00220345690480031401.

3. Sidhu SK, Nicholson JW. A review of glass-ionomer cements for clinical dentistry. *J Funct Biomater.* 2016; 7: 16. doi: 10.3390/jfb7030016.

4. Fareed MA, Stamboulis A. Nanoclay addition to conventional glass ionomer cements: influence on physical properties. *Eur Dent J.* 2014; 8: 456-463. doi: 10.4103/1305-7456.143619.

5. Bertolini MJ, Palma-Dibb RG, Zaghe MA, Gimenes R. Evaluation of glass ionomer cements properties obtained from niobium silicate glasses prepared by chemical process. *J Non-Cryst Solids.* 2005; 351: 466-471. doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2005.01.040.

6. Lutsyuk I, Vakhula Ya, Tupis I, Iliuchok I. Catalytic action of nitric acid on the hydrolysis of ETS-40 ethyl silicate. *Chem Chem Technol.* 2021; 15(4): 475-478. doi: 10.23939/chcht15.04.475.

7. Crips S, Kent BE, Lewis BG, Ferner AJ, Wilson AD. Glass-ionomer cement formulations. II. The synthesis of novel polycarboxylic acids. *J Dent Res.* 1980; 59(6): 1055-1063. doi: 10.1177/00220345800590060801.

8. Czarnecka B, Klos J, Nicholson JW. The effect of ionic solutions on the uptake and water-binding behaviour of glass-ionomer dental cements. *Ceramics–Silikaty.* 2015; 59(4): 292-297.

9. Ahmadi SM, Behnamghader A, Asefnejad A. Sol-gel synthesis, characterization and in vitro evaluation of $\text{SiO}_2\text{--CaO--P}_2\text{O}_5$ bioactive glass nanoparticles with various $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ ratios. *Dig J Nanomater Biostructures.* 2017; 12(3): 847-860.

10. Vakhula YaI, Lutsyuk IV, Tupis IM, Gavryshkevych YaI. Analysis of phase transformations of modified silicate xerogels during heat treatment. *Voprosy Khimii i Khimicheskoi Tekhnologii.* 2022; (4): 11-17. (in Ukrainian). doi: 10.32434/0321-4095-2022-143-4-11-17.