

Wpływ starzenia materiału Tansbond XT na siłę wiązania – badania modelowe*

Ageing of Tansbond XT material and its influence on bonding strength: model testing

Jerzy Błaszczak¹, Marek Tomankiewicz², Maria Mielnik-Błaszczak², Agnieszka Skawińska²

¹ Zakład Protetyki Stomatologicznej Uniwersytetu Medycznego w Lublinie
Kierownik: dr n. med. J. Borowicz

² Katedra i Zakład Stomatologii Wieków Rozwojowego Uniwersytetu Medycznego w Lublinie
Kierownik: prof. dr hab. M. Mielnik-Błaszczak

HASŁA INDEKSOWE:

siła wiązania, starzenie materiałów, klej ortodontyczny światłoutwardzalny, naprężenia ścinające

KEY WORDS:

bonding strength, ageing materials, lightcuring orthodontic bond, cutting tension

Streszczenie

Wprowadzenie. Wykorzystywane obecnie kleje ortodontyczne to w znakomitej większości materiały kompozytowe (zarówno chemo- światło- i o dualnym systemie wiązania). Złożoność składu chemicznego zapewnia ich wymaganą wytrzymałość, odporność a także wymagany komfort pracy lekarza z tymi materiałami jak i efekt profilaktyczny dla pacjenta (zawartość związków fluoru).

Cel pracy. Określenie wpływu środowiska jamy ustnej, symulowanego w warunkach laboratoryjnych, na siłę wiązania światłoutwardzalnego kleju ortodontycznego Transbond XT.

Materiał i metoda. Materiał do badań stanowił klej ortodontyczny światłoutwardzalny Transbond XT, zamki ortodontyczne dla dolnych zębów siecznych. Zamki przyklejono na płytkach szklanych, poddawano starzeniu w łaźni wodnej w 6% kw. octowym w temperaturze 80°C przez okres 2 godzin. Badano wytrzymałość połączenia zamek-szkło.

Wnioski. Uzyskane wyniki wskazują na istotne statystycznie zmniejszenie siły wiązania. Pomimo, że wartości mieszczą się w zakresie użytecznym w zastosowaniach ortodontycznych, starzenie materiału może być jedną z przyczyn niepowodzeń w utrzymaniu elementów aparatu stałego przez cały okres leczenia.

Summary

Introduction. Orthodontic adhesives are currently used in the great majority of composite materials (chemo-light and dual-curing system). The complexity of chemical composition provides the required strength and resilience, as well as makes the dentist's work with these materials comfortable. It also ensures the prophylactic effect in the patient (the content of fluorine compounds).

Aim of the study. To determine the effect of the oral environment, simulated in laboratory conditions, on the adhesive bond strength of orthodontic light-cured adhesive, Transbond XT.

Materials and methods. The study material was a light curable orthodontic adhesive, Transbond XT, the orthodontic brackets for lower incisors. Brackets were bonded on glass plates, subjected to aging in a water bath in 6% acetic quarter at 80° C for 2 hours. Brackets-glass bond strength was investigated.

Results and conclusions. The results showed a statistically significant reduction in bond strength. Although the values were within the range useful for orthodontic applications, the aging of the material might be one of the reasons for the failure to maintain a fixed appliance components over the treatment period.

* Praca przedstawiona na XI Konferencji Biomateriałów i Mechaniki w Stomatologii, Ustroń 6-9.X.2011 r.

Wstęp

Technologie zaangażowane w konstrukcji współczesnych stałych aparatów ortodontycznych podlegają stałej ewolucji. Dotyczy to zarówno poszczególnych elementów aparatu ortodontycznego jak i materiałów stosowanych do klejenia aparatów na powierzchni szkliwa zębów. Wykorzystywane obecnie kleje w znakomitej większości to materiały kompozytowe (zarówno chemo– światło– i o dualnym systemie wiązania) (1). Ich wprowadzenie do techniki ortodontycznej zbiega się w czasie z ich wprowadzeniem do stomatologii w ogóle i posiada już przeszło 50-letnią historię. Złożoność składu chemicznego zapewnia ich wymaganą wytrzymałość, odporność a także komfort pracy lekarza tymi materiałami jak i efekt profilaktyczny (zawartość związków fluoru) dla pacjenta. Co ważne, są to systemy uniwersalne, nadające się do klejenia zamków ortodontycznych wykonanych z różnych materiałów (aparaty standardowe i estetyczne).

Cel pracy

Celem pracy było określenie wpływu środowiska jamy ustnej, symulowanego w warunkach laboratoryjnych, na siłę wiązania światłoutwardzalnego kleju ortodontycznego Transbond XT.

Materiał i metody

Materiał do badań stanowił klej ortodontyczny światło utwardzalny Transbond XT firmy 3M. System ten składa się z kleju i systemu wiążącego (bond). Skład kleju typowy dla materiałów kompozytowych tj. (%wagowo): silanizowany kwarc (70–80), bisfenol-a-diglycidyl eter dimetakrylatu (bisgma) (10–20), bisfenol-a-bis(2-hydroxyetyl eter) dimetakrylatu (5–10), silanizowany krzem (<2), difenylidonium hexafluorophosfat (<0.2).

Model badawczy składał się z płytek szklanych o gładkiej powierzchni, o wymiarach 20x50x8mm z przyklejonymi zamkami ortodontycznymi dla dolnych siekaczy. Wybrano ten typ zamków ze względu na płaską podstawę. Pole powierzchni podstawy zamka wynosiło 6,84mm². Zastosowany typ zamków posiadał inkorporowaną w podstawę siatkę celem poprawy retencji zamka. Grupa kontrolna

i badana były jednakowo liczne i składały się z 10 zamków przyklejonych do płytek szklanych.

Powierzchnia szkła przed klejeniem była odtłuszczana eterem i suszona sprężonym powietrzem podawanym z kompresora bezolejowego. Procedura klejenia była przeprowadzana zgodnie z zaleceniami producenta kleju. Jedyną modyfikacją polegała na wydłużeniu czasu naświetlania kleju. Producent zalecał naświetlanie 5 s. lampą polimeryzacyjną o mocy 1000mW/cm² od mezialnej i dystalnej strony zamka metalowego. W badaniu zastosowano lampę halogenową Optilux o mocy 200mW/cm². Pomiaru mocy dokonano za pomocą urządzenia Curing Radiometer Model 100 f-my Demetron Research. Biorąc powyższe pod uwagę czas naświetlania wydłużono do 20 s. dla każdej z powierzchni, co dało pewność właściwej polimeryzacji, która jest funkcją czasu naświetlania a nie gęstości strumienia światła (2).

Płytki szklane pomiędzy przyklejonymi zamkami maskowano czarną matową taśmą celem wyeliminowania odbić światła i „superpolimeryzacji” wcześniej przyklejonych elementów.

Płytki grupy kontrolnej bezpośrednio po przyklejeniu zamków aż do momentu wykonania badań wytrzymałościowych (tj. około 3 godzin) przechowywano w roztworze soli fizjologicznej w temperaturze pokojowej. Badania wytrzymałościowe połączenia układu zamek-szkło wykonywano urządzeniem własnej konstrukcji. Urządzenie to posiadało elementy obrabiarki sterowanej numerycznie z silnikiem krokowym do realizacji posuwu windy o regulowanym skoku od 0,1 do 10mm/min. Pomiar siły był wykonywany z zastosowaniem tensometru UCT-5585N2 o dokładności 0,1N z odczytem cyfrowym z pamięcią wartości szczytowej siły (ryc. 1).

W trakcie pomiaru grot tensometru prowadzony był równolegle do powierzchni szkła z punktem oparcia na zamku ortodontycznym pomiędzy podstawą a skrzydełkami zamka. Prędkość opadania ustalono na 0,5mm/min (ryc. 2).

Badanie starzenia materiału wykonano w łaźni wodnej w 6% roztworze kwasu octowego przez okres 2 godzin w temperaturze 80°C. Następnie próbki grupy badanej wyjmowano z łaźni wodnej, splukiwano wodą destylowaną, suszono sprężonym powietrzem podawanym z kompresora



Ryc. 1. Tensometr UCT-5585N2 o dokładności 0,1N z odczytem cyfrowym z pamięcią wartości szczytowej siły.



Ryc. 2. Grot tensometru.

bezolejowego i przeprowadzono pomiary wytrzymałości. Wszystkie procedury wykonano w Laboratorium Materialoznawstwa Dentystycznego Medycznego Studium Zawodowego Lublinie.

Wyniki i omówienie (tabela 1)

Przyspieszone starzenie materiałów to badanie służące określeniu czasu przydatności

do użytkowania danego produktu. Znajduje ono zastosowanie w przypadku materiałów, które zachowują swe cechy bez istotnych zmian przez dłuższy okres czasu (miesiące, lata).

Badania prowadzi się działając na próbkę czynnikami degradującymi z którymi ma ona kontakt w normalnych warunkach przy czym zwiększa się ich intensywność, często łącząc czynniki stresogenne (starzeniowe). Mogą być nimi: temperatura,

Tabela I. Wyniki pomiaru naprężenia ścinającego materiału Transbond XT w grupie kontrolnej i badanej

L.p.	Grupa kontrolna (MPa)	Mediana	SD	Błąd standardowy średniej	L.p.	Grupa badana (MPa)	Mediana	SD	Błąd standardowy średniej
1	3,07	8,54	3,10	0,98	1	3,95	2,47	0,75	0,24
2	12,28				2	1,75			
3	9,5				3	1,46			
4	9,06				4	2,19			
5	6,43				5	3,07			
6	11,70				6	2,12			
7	6,29				7	3,22			
8	10,52				8	1,97			
9	5,26				9	2,41			
10	11,26				10	2,56			

Tabela II. Test prób niezależnych T

		Test Levene'a jednorodności wariancji		Test t równości średnich						
									95% przedział ufności dla różnicy średnich	
		f	istot- ność	t	df	istotność (dwustr.)	różnica średnich	błąd std. różnicy	dolna granica	górną granica
Naprz. w MPa	Założono równość wariancji	18,897	0,000	6,008	18	0,000	6,06700	1,00978	3,94554	8,18846
	Nie za- łożono równości wariancji			6,008	10,059	0,000	6,06700	1,00978	3,81885	8,31515

Tabela III. Test ANOVA

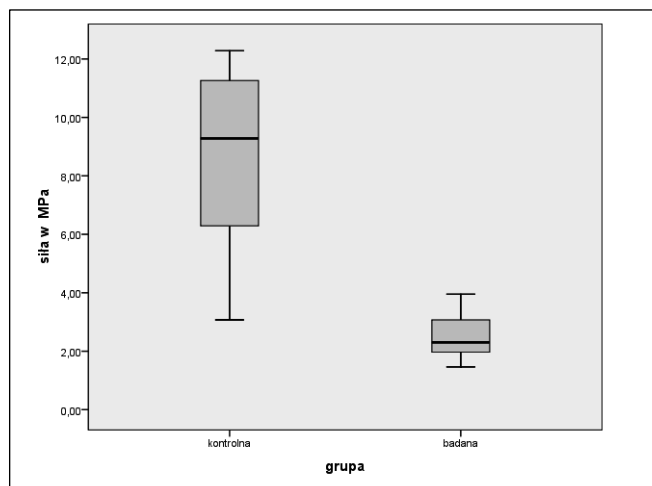
		Suma kwadratów	df	Średni kwadrat	F	Istotność
Napreżenia w MPa * grupa	między grupami (połączone)	184,042	1	184,042	36,099	0,000
	wewnątrz grup	91,768	18	5,098		
	ogółem	275,811	19			

woda (w formie pary lub cieczy), promieniowanie (widzialne, UV, gamma), obciążenia mechaniczne, przepływ prądu, czynniki chemiczne (gazowe, w formie roztworów) o relatywnie wysokich stężeniach. Ta metoda pozwala na względne porównanie trwałości serii produktów oraz przewidywanie zmienności cech podczas długiego okresu jego użytkowania w warunkach należnych jego przeznaczeniu. Badanie procesu degradacji można prowadzić w warunkach jamy ustnej lub w warunkach laboratoryjnych. Ta druga metoda jest szczególnie efektywna, ponieważ pozwala na skrócenie czasu obserwacji oraz wybór różnych parametrów mogących mieć zastosowanie w analizie statystycznej.

W przypadku związków wielkocząsteczkowych (kompozyty) poznanie procesów destrukcyjnych pozwala na wyznaczenie granic zastosowania materiału. Proces starzenia może przebiegać na drodze

destrukcji (rozpad na produkty małowcząsteczkowe), degradacji (przypadkowe zmniejszenie masy cząsteczkowej) lub depolimeryzacji (wydzielenie monomeru), jednakże każdy z nich prowadzi do znacznego lub całkowitego obniżenia właściwości użytkowych badanego materiału (3, 4).

Warunki panujące w jamie ustnej podlegają znacznym fluktuacjom fizykochemicznym. Zakres temperatur jest szeroki i może osiągać skrajne wartości w stosunkowo krótkim przedziale czasu. Różnica liniowej rozszerzalności pomiędzy tkaniami twardymi zęba a materiałami kompozytowymi to istotny parametr uwzględniany w badaniach. Drugą grupą obciążeń środowiskowych są napreżenia mechaniczne udarowe (krótko działające), generowane między innymi w trakcie aktu żucia. Wielkość tych napreżeń to kolejny badany parametr, który warunkuje ewentualną przydatność materiału (5, 6). Kolejną grupą czynników są związki



Ryc. 3. Wartości średnie naprężeń i odchylenia standardowego w grupach kontrolnej i badanej.

chemiczne wprowadzane wraz z dietą do jamy ustnej i związane z tym zmiany pH. Wzajemne interakcje pomiędzy materiałami kompozytowymi to szczególnie trudny do analizy temat. Narzuca to konieczność tworzenia modeli badawczych celem wychycenia i zbadania zmian właściwości fizykochemicznych badanego materiału.

Stworzony przez autorów model badawczy miał na celu zbadanie zmian siły wiązania kleju kompozytowego po krótkotrwałej ekspozycji na agresywne kwaśne środowisko. W pracy oparto się na zmodyfikowanej metodzie określonej w normie PN-EN ISO 6872 z grudnia 2000 roku. Zmniejszono czas ekspozycji do 2 godzin oraz kwasowość środowiska do 6% kw. octowego co dało szacowany czas przebywania w warunkach środowiska jamy ustnej około dwóch lat.

Zgodnie z przewidywaniami, po ekspozycji na agresywne warunki badania laboratoryjnego, siły ścinające zmierzone w badaniu były niemal 2 krotnie mniejsze w odniesieniu do wielkości zmierzonych w grupie kontrolnej. Ta istotna różnica potwierdzona została w analizie statystycznej testem T oraz ANOVA (tab. 2, 3, ryc. 3).

Zmniejszenie wartości parametrów wytrzymałościowych w odniesieniu do systemów wiążących uzyskiwano niezależnie od metody starzenia materiału (7, 8, 9). Należy przypuszczać, że w warunkach klinicznych (in vivo), gdzie system wiążący wchodzi w interakcje chemiczne z odpowiednio

przygotowaną powierzchnią szklivią zęba (wstępne trawienie), wartości te byłyby wyższe, chociaż niewątpliwie zależne od czasu ekspozycji na warunki panujące w jamie ustnej pacjenta (10).

Wnioski

1. Testowany materiał uległ procesowi starzenia co wyrażało się obniżeniem siły wiązania.
2. Wyniki pomiaru naprężenia ścinającego w grupie badanej i kontrolnej były istotnie różne.
3. Wartości siły wiązania w obu grupach przedstawiały wielkość wystarczającą dla zastosowań ortodontycznych.
4. Zmniejszenie siły wiązania w wyniku starzenia materiału może być jedną z przyczyn niepowodzeń w utrzymaniu elementów stałych aparatów ortodontycznych.

Piśmiennictwo

1. *Deregowska-Nosowicz P.*: Ocena siły wiązania pomiędzy stosowanymi do wypełniania ubytków materiałami kompozytowymi a zamkami ortodontycznymi. Rozprawa na stopień doktora nauk medycznych, Katedra i Zakład Biomateriałów i Stomatologii Doświadczalnej Uniwersytetu Medycznego w Poznaniu, Poznań 2008.
2. *Yoshida S., Namura Y., Matsuda M., Saito A., Shimizu N.*: Influence of light dose on bond strength of orthodontic light-cured adhesives. *Eur. J. Orthod.*, 2012, 34, 4, 493-497.
3. *Sikorski T. R.*: Podstawy chemii i technologii polimerów. PWN 1995.
4. *Żuchowska D.*: Polimery konstrukcyjne. WN-T., wydanie II, Warszawa 2000.
5. *Błaszczak D., Mielnik-Błaszczak M.*: Ceramika Dentystyczna. Wydawnictwo Ekoinżynieria Lublin 1998.
6. *William A. Brantley, Theodore Eliades*: Materiały ortodontyczne w ujęciu naukowym i klinicznym. Wydawnictwo: Czelej, wydanie I, Lublin 2003.
7. *Oesterle L. J., Shellhart W. C.*: Effect of aging on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, 2008, 133, 5, 716-720.
8. *Voltarelli F. R., Batitucci dos Santos-Daroz C., Corrêa Alves M., Rezende Peris A., Marchi G. M.*:

- Effect of different light-curing devices and aging procedures on composite knoop microhardness. *Braz. Oral Res.*, 2009, 23, 4, 473-479.
9. *Yiu C. K. Y., King N. M., Pashley D. H., Suh B. I., Carvalho R. M., Carilho M. R. O.* et al.: Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomaterials*. 2004, 25, 26, 5789.
10. *Chatzistavrou E., Eliades T., Zinelis S., Athanasiou A. E., Eliades G.*: Effect of in vivo aging on the shear bond strength of an orthodontic adhesive. *Aust. Orthod. J.*, 2009, 25, 2, 123-127.

Zaakceptowano do druku: 30.VIII.2012 r.

Adres autorów: 20-081 Lublin, ul. Karmelicka 7.

© Zarząd Główny PTS 2012.