

Analiza porównawcza wybranych właściwości mechanicznych podgrzanego materiału złożonego i samoadhezyjnego cementu kompozytowego – badania pilotażowe

Comparative analysis of selected mechanical properties of preheated composite material and self-adhesive composite cement – pilot study

Anastazja Skąpska¹, Aleksandra Sochacka¹, Anna Ziopaja¹, Zenon Komorek², Mariusz Cierech¹

¹ Katedra Protetyki Stomatologicznej, Warszawski Uniwersytet Medyczny
Kierownik: prof. dr hab. n. med. *Elżbieta Mierzińska-Nastalska*

² Instytut Inżynierii Materiałowej, Wydział Nowych Technologii i Chemii, Wojskowa Akademia Techniczna
Kierownik: prof. dr hab. inż. *Tomasz Czujko*

HASŁA INDEKSOWE:

podgrzany materiał kompozytowy, cement samo-adhezyjny, odporność na ściskanie, moduł elastyczności

KEY WORDS:

preheated composite, self-adhesive composite, compressive strength, elastic modulus

Streszczenie

Wprowadzenie. Procedura cementowania w bardzo dużym stopniu warunkuje długoczasowy sukces w użytkowaniu stałych uzupełnień protetycznych. Materiały kompozytowe stosowane do odbudowy bezpośrednio nie mogą być używane podczas cementowania, ale poprzez podgrzanie zyskują nowe właściwości, dzięki czemu z powodzeniem wykorzystywane są w osadzaniu uzupełnień protetycznych. Podgrzany materiał kompozytowy może być wykorzystywany podczas cementowania licówek oraz uzupełnień pośrednich typu: *inlay, onlay, overlay*.

Cel pracy. Celem pracy była ocena porównawcza wybranych właściwości mechanicznych – odporności na ściskanie i modułu elastyczności podgrzanego materiału kompozytowego *Enamel Plus Hri* (*Micerium, Włochy*) i dualnego cementu kompozytowego *Rely X U200* (*3M, Niemcy*).

Summary

Introduction. Cementation procedure most significantly determines successful long-term use of permanent prosthetic restorations. Dental composites intended for direct restorations are not suitable for cementation, but a pre-heating procedure provides them with new properties, due to which they can now be used for placement of prosthetic restorations. Applications of pre-heated composite include cementation of dental veneers, *inlay, onlay* and *overlay* restorations.

Aim of the study. To perform comparative assessment of mechanical properties such as compressive strength and modulus of elasticity of preheated *Enamel Plus Hri* composite material (*Micerium, Italy*) and *Rely X U200* self-adhesive composite cement (*3M, Germany*).

Material and methods. Roller-shaped 5x3 mm samples, three of each material, were prepared

Material i metody. Przygotowano próbki z każdego rodzaju materiału w kształcie walca o wymiarach 5x3mm przy użyciu silikonowych form. Temperaturę materiału złożonego (50°C) uzyskano za pomocą urządzenia podgrzewającego Ena-Heat (Micerium, Włochy). Badanie przeprowadzono przy pomocy pulsksometru hydraulicznego Instron 8501, będącego uniwersalną maszyną wytrzymałościową, wykorzystując test odporności na ściskanie oraz obliczono moduł elastyczności.

Wyniki. Analiza badań wykazała, że średnia wytrzymałość na ściskanie dla cementu kompozytowego wynosi 327MPa, natomiast dla podgrzanego materiału kompozytowego 530MPa. W badaniu wykazano, że podgrzany materiał kompozytowy ma wyższy moduł elastyczności ($7,9\pm 1,48$) a więc jest bardziej sztywny w porównaniu do cementu kompozytowego samoadhezyjnego ($5,9\pm 0,35$).

Wnioski. Podgrzany materiał kompozytowy ma lepsze właściwości mechaniczne w porównaniu do cementu kompozytowego samoadhezyjnego. Fakt ten daje nadzieję na uzyskiwanie coraz to lepszych efektów klinicznych w procesie cementowania pośrednich uzupełnień protetycznych typu inlay, onlay, overlay oraz licówek.

using silicone matrix. Required composite temperature was achieved using Ena-Heat (Micerium, Italy) heating device. The study was performed with the use of universal servohydraulic Instron 8501 mechanical testing machine plus the DTS (Dimensional Tensile Strength) test. Modulus of elasticity was calculated.

Results. Research analysis revealed 327 MPa compressive strength for composite cement and 530 MPa for pre-heated composite material. The study showed that pre-heated composite material has higher elasticity module (7.9 ± 1.48) so it is more rigid in comparison with self-adhesive cement (5.9 ± 0.35).

Conclusions. It can be concluded that pre-heated composite material has better mechanical properties when compared with self-adhesive composite cement. It is thus hoped that better clinical effects in cementation procedure of indirect prosthetic restorations such as inlay, onlay, overlay and veneers will be obtained.

Wprowadzenie

Współczesna stomatologia oferuje wiele możliwości odbudowy twardych tkanek zęba z zastosowaniem uzupełnień protetycznych. Powszechny stał się trend opierający się na stomatologii minimalnie inwazyjnej, który zakłada oszczędną preparację tkanek. W wyniku tego coraz częściej wykonywane są uzupełnienia pośrednie typu inlay, onlay, overlay oraz licówki. Do ich stałego osadzenia wykorzystywane są zarówno cementy konwencjonalne, adhezyjne, jak również podgrzewane materiały złożone będące przedmiotem wielu badań klinicznych. Cementy kompozytowe składają się z organicznej matrycy polimerowej, rozproszonych

w niej cząstek nieorganicznego wypełniacza, silanowego czynnika wiążącego oraz systemu inicjator-aktywator. Cementy te podzielono na chemoutwardzalne, światłoutwardzalne lub o podwójnym systemie wiązania.¹ Mogą być one wykorzystywane do długoczasowego osadzania uzupełnień protetycznych, gdyż łączą się z tkankami zęba na zasadzie połączenia chemicznego i mikromechanicznego.² Właściwości te sprawiają, że uzyskuje się wysoką siłę wiązania oraz mniejszą rozpuszczalność w środowisku wodnym w porównaniu z konwencjonalnymi cementami.^{3,4} W odniesieniu do złożonego materiału kompozytowego stosowanego do odbudowy zachowawczej, cement adhezyjny zawiera mniej wypełniacza, który

stanowi 30-75% objętości, podczas gdy materiał złożony zawiera 60-80% tego składnika.¹ Dodanie monomerów DEGMA oraz TEGMA w odpowiednich proporcjach umożliwia uzyskanie odpowiedniej lepkości cementu kompozytowego. Stosunkowo niedawno wprowadzono do postępowania klinicznego procedurę podgrzania materiału złożonego przed cementowaniem uzupełnień protetycznych.⁵ Dzięki procedurze podnoszenia temperatury uzyskuje się nowe właściwości, jak również poprawę parametrów charakteryzujących materiał kompozytowy stosowany do wypełnień ubytków.⁶⁻⁹ Pośród ulepszonych właściwości podgrzanego materiału kompozytowego wymienia się wytrzymałość na ściskanie oraz moduł elastyczności.^{10,11} Wytrzymałość na ściskanie definiowana jest jako maksymalne naprężenie zarejestrowane w trakcie ściskania próbki. Ma to istotne znaczenie kliniczne podczas żucia pokarmu ze względu na duże siły wyzwalane podczas tej czynności. Im większa wytrzymałość na ściskanie tym większa wytrzymałość mechaniczna i odporność na uszkodzenie danego materiału. Z kolei moduł elastyczności określa stopień elastyczności materiałów, za który odpowiedzialne są siły działające między atomami lub molekułami materiału. Wraz ze wzrostem podstawowych sił przyciągania, podnosi się wartość modułu elastyczności, dzięki czemu materiał staje się bardziej sztywny.¹² Dodatkowo podniesienie temperatury materiału kompozytowego zwiększa płynność materiału, co przekłada się na zmniejszenie lepkości, a więc łatwiejszą aplikację podczas osadzania uzupełnień protetycznych.¹³

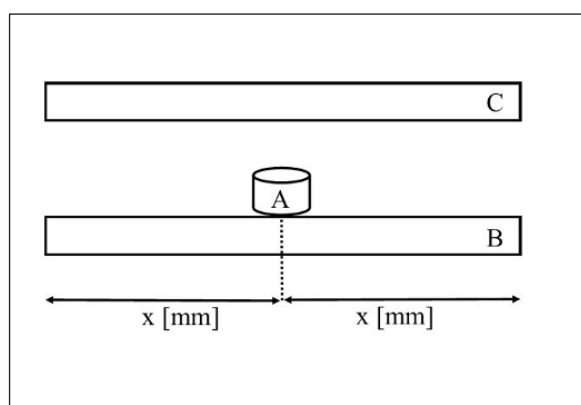
Cel pracy

Celem pracy była ocena porównawcza wybranych właściwości mechanicznych – odporności na ściskanie i modułu elastyczności podgrzanego materiału kompozytowego i dualnego cementu kompozytowego.

Material i metody

W badaniu porównano parametry wytrzymałościowe, odporności na ściskanie i modułu elastyczności, podgrzanego do temperatury 50°C światłoutwardzalnego materiału kompozytowego Enamel Plus Hri (kolor zębinowy UD3, Micerium, Włochy) oraz samoadhezyjnego cementu kompozytowego Rely X U200 (3M, Niemcy). Autorzy do badań wybrali materiał kompozytowy Enamel Plus Hri, ponieważ jest to jeden z lepiej przebadanych podgrzanych materiałów kompozytowych. Producent opracował kompatybilny system do podgrzewania materiałów kompozytowych (EnaHeat, Micerium, Włochy), dzięki czemu można postępować zgodnie z zaleceniami producenta, m.in. odnośnie temperatury i czasu podgrzewania.^{14,15} Drugim materiałem użytym do badań jest cement Rely X U200. Jest to samoadhezyjny cement kompozytowy, który wiąże się z zębiną jednoetapowo bez potrzeby kondycjonowania lub wstępnej obróbki, co ułatwia procedurę cementowania pośrednich uzupełnień protetycznych oraz zmniejsza możliwość popełnienia błędu i skraca czas pracy podczas wykonywania procedury cementowania.¹⁶

W pierwszej kolejności przygotowano formę metalową o wymiarach 5x3mm w kształcie walca. Metalowy krążek posłużył jako matryca do wykonania silikonowych form polimerizacyjnych z przestrzenią na badany materiał. Silikonowe szablony układano na celuloidowych paseczkach, które znajdowały się na metalowej podstawie. Przed nałożeniem, materiał kompozytowy Enamel Plus Hri został podgrzany do 50°C w specjalnym urządzeniu – Ena Heat (Micerium, Włochy) przez 2 minuty.¹⁷ Następnie aplikowano kolejno do silikonowych form materiał kompozytowy Enamel Plus Hri oraz cement samoadhezyjny Rely X. Powierzchnie każdej próbki pokrywano ponownie paseczkiem celuloidowym i dociskano za pomocą podstawowego szkiełka, tak aby



Ryc. 1. Schemat badania – wytrzymałość na ściskanie.

wygładzić cały materiał. Próbkę kolejno naświetlano przez 20 sekund przy użyciu lampy polimeryzacyjnej Bluephase G2 (Ivoclar Vivadent, Polska) w bezpośrednim kontakcie światłowodów z paseczkiem celuloidowym. Po uwolnieniu próbek z formy przechowywano je w 0,9% roztworze NaCl przez 24 godziny. W następnym etapie badania przystąpiono do oceny wytrzymałości na ściskanie za pomocą pulsoksymetru hydraulicznego Instron 8501, będącego uniwersalną maszyną wytrzymałościową. Umożliwiła ona przeprowadzenie badań statycznych oraz dynamicznych w układzie jednoosiowego ściskania. Pomiar wytrzymałościowe uzyskano przez wykorzystanie testu

wytrzymałości na ściskanie – CS (Compressive Strength). Schemat badania przedstawiono na rycinie 1. Prędkość przesuwu belki pulsoksymetru wynosiła 0,5 mm/min. Komputer skoordynowany z urządzeniem Instron, wyposażony w oprogramowanie do badań wytrzymałościowych umożliwił automatyczną rejestrację i obliczanie maksymalnych wartości naprężeń w MPa powodujących pęknięcie materiału.

Wartość modułu elastyczności obliczono na podstawie wzoru:

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

gdzie

F – największe przyłożone obciążenie, zarejestrowane podczas ściskania próbki [N],
A – pole początkowego przekroju próbki [mm²].

Wyniki

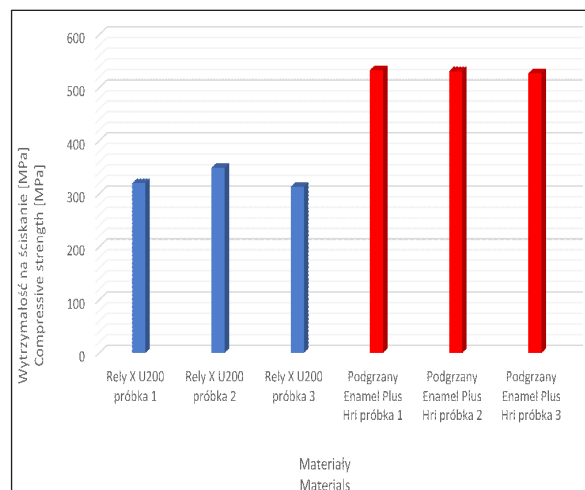
Wyniki badań wytrzymałościowych przedstawiono w tabeli 1 i 2 oraz na rycinie 2. Analiza powyższych badań pozwala stwierdzić, że podgrzany materiał kompozytowy ma większą wytrzymałość na ściskanie niż samoadhezyjny cement kompozytowy dla każdej z próbek. Średnia wytrzymałość na ściskanie dla cementu kompozytowego wynosi 327MPa

Tabela 1. Zestawienie wyników właściwości mechanicznych samoadhezyjnego cementu kompozytowego Rely X U200

Oznaczenie próbki	Granica plastyczności $R_{p0,2}$ [MPa]	Wytrzymałość na ściskanie R_c [MPa]	Skrócenie trwałe A [%]	Skrócenie całkowite A_c [%]	Moduł elastyczności E [GPa]
próbka 1	126	320	5	10,9	5,48
próbka 2	126	349	5,7	11,6	6,15
próbka 3	126	313	4	9,3	6,02
Średnia arytmetyczna	126	327	4,9	10,6	5,9
Odchylenie standardowe	0	19,08	0,85	1,17	0,35

Tabela 2. Zestawienie wyników właściwości mechanicznych podgrzanego materiału kompozytowego Enamel Plus Hri

Oznaczenie próbki	Granica plastyczności $R_{p0,2}$ [MPa]	Wytrzymałość na ściskanie R_c [MPa]	Skrócenie trwałe A [%]	Skrócenie całkowite A_c [%]	Moduł elastyczności E [GPa]
próbka 1	218	533	1,4	7	9,21
próbka 2	200	531	0	9	6,29
próbka 3	150	527	0	9,9	8,19
Średnia arytmetyczna	123	530	0,47	5,6	7,9
Odchylenie standardowe	48,08	3,05	0,80	1,48	1,48



Ryc. 2. Wytrzymałość na ściskanie [MPa].

(SD=19,08), natomiast dla podgrzanego materiału kompozytowego 530MPa (SD=3,05). Średnie wyniki wytrzymałości na ściskanie podgrzanego materiału kompozytowego są wyższe o 62% w stosunku do dualnego cementu kompozytowego. W badaniu wykazano, że podgrzany materiał kompozytowy ma wyższy moduł elastyczności (7,9±1,48), a więc jest bardziej sztywny w porównaniu do cementu kompozytowego samoadhezyjnego (5,9±0,35). Z kolei średnie wyniki modułu elastyczności są wyższe o 34% w stosunku do cementu kompozytowego.

Dyskusja

Przeprowadzone badania mają charakter pilotażowy. Niewiele jest doniesień porównujących właściwości mechaniczne podgrzanego materiału kompozytowego i cementu kompozytowego, dlatego autorzy zdecydowali się na ten kierunek badań. Ze względu na lepsze właściwości mechaniczne, podgrzany materiał kompozytowy może stanowić alternatywę dla cementów kompozytowych w procedurze cementowania uzupełnień pośrednich typu inlay, onlay, overlay oraz licówek. Wyniki badań pilotażowych pokazują, iż zarówno wytrzymałość na ściskanie, jak i moduł elastyczności jest wyższy w przypadku podgrzanego materiału kompozytowego, co ma duże przełożenie kliniczne. Modelowe badania rozkładów naprężeń w strefie rekonstrukcji ubytku wykazały, iż pod wpływem obciążeń okluzyjnych materiał jest głównie ściskany.¹⁸ Można zatem wnioskować, że im wyższe wartości odporności na ściskanie tym lepsze przeciwdziałanie siłom żucia i większa odporność mechaniczna na uszkodzenie materiału. Z kolei materiały cechujące się niskim modułem elastyczności są bardziej podatne na odkształcenia pod wpływem

sił żucia, co skutkuje łatwiejszym powstawaniem nieszczelności brzeżnej między zacementowanym uzupełnieniem a twardymi tkankami zęba. Może to skutkować próchnicą wtórną tkanek twardych, jak również odcementowaniem uzupełnienia.¹⁹ Wartość modułu elastyczności szkliwa zależy od usytuowania względem połączenia szkliwno-zębinowego. Największe wartości przyjmuje w zewnętrznej warstwie tkanki. Średnia wartość modułu elastyczności dla szkliwa to 84GPa. Natomiast wartość modułu elastyczności dla zębiny zależy od umiejscowienia w zębie i stopnia mineralizacji tkanki. Za średnią wartość modułu elastyczności dla zębiny przyjmuje się 19 GPa.²⁰ Materiał wykorzystany do odbudowy oraz zacementowania uzupełnienia protetycznego powinien sprostać naprężeniom powstającym w trakcie żucia, dlatego im parametry wytrzymałościowe materiału będą bardziej zbliżone do parametrów naturalnych tkanek zęba, tym lepszą funkcję będzie mogło spełniać uzupełnienie w układzie stomatognatycznym. Uzyskane wyniki badań wskazują, iż z dwóch porównywanych materiałów wartość modułu elastyczności bardziej zbliżoną do szkliwa i zębiny charakteryzuje podgrzany materiał kompozytowy Enamel Plus Hri. Różne wartości odporności na ściskanie i modułu elastyczności można tłumaczyć różnicą w składzie poszczególnych materiałów. Enamel Plus Hri ma większą zawartość wypełniacza nieorganicznego (53% objętościowo) w porównaniu do cementu Rely X U200 (43% objętościowo). Zwiększona ilość wypełniacza w objętości kompozytu powoduje zwiększenie wytrzymałości mechanicznej.¹

Przeprowadzone do tej pory badania naukowe skupiają się głównie na porównaniu właściwości mechanicznych w obrębie materiałów kompozytowych podgrzanych do danej temperatury głównie w celu bezpośredniej odbudowy zachowawczej

ubytków próchnicowych lub na porównaniu różnego rodzaju grup cementów kompozytowych. Nada i wsp.⁸ badali wpływ wzrostu temperatury podgrzewania na właściwości mechaniczne materiałów kompozytowych. Wykorzystali 3 różne materiały: Clearfil Majesty (CM) (Kuraray), Z-100 (3M/ESPE) i Light-Core (LC) (Bisco). Poddali je działaniu temperatury 37°C i 54°C oraz porównali ich właściwości w temperaturze pokojowej. Ogrzewanie przed polimeryzacją materiałów kompozytowych poprawiło znacznie wytrzymałość na ściskanie. Wyniki otrzymane przez autorów dla trzech różnych materiałów kompozytowych podgrzanych do temperatury 54°C wyniosły odpowiednio: 369,75MPa, 204,14MPa, 353,39 MPa. W badaniach własnych przedstawianych w obecnej pracy uzyskano wynik 530 MPa dla Enamel Plus Hri. Z kolei Kumbuloglu i wsp.²¹ porównali właściwości mechaniczne – mikrotwardość, odporność na rozciąganie, odporność na ściskanie i stopień konwersji czterech kompozytowych cementów dualnych. Największą wartość odporności na ściskanie wykazał cement dualny RelyX Unicem – 145 MPa, podczas gdy w badaniach własnych uzyskano wynik 327 MPa dla Rely X U200. Odmienne wyniki dla materiałów kompozytowych i cementów mogą wynikać z różnicy w składzie tych materiałów – różna zawartość i rodzaj wypełniacza oraz matrycy nieorganicznej.²²

Przeprowadzone badania pilotażowe porównujące właściwości mechaniczne podgrzanego materiału kompozytowego i samoadhezyjnego cementu kompozytowego mają charakter wstępny. Ze względu na brak możliwości szerszego porównania wyników innych badaczy i biorąc pod uwagę fakt, iż dostępne dane na temat właściwości mechanicznych zarówno podgrzanego materiału kompozytowego, jak i samoadhezyjnych cementów są ograniczone, zagadnienie to wymaga dalszej kontynuacji na większej liczbie próbek.

Wnioski

Podgrzany materiał kompozytowy cechuje się korzystniejszymi właściwościami mechanicznym niż samoadhezyjny cement kompozytowy. Może to się przekładać na dłuższą trwałość i efekty kliniczne cementowanych na ten materiał uzupełnień protetycznych.

Piśmiennictwo

1. *Majewski S, Pryliński M*: Materiały i technologie współczesnej protetyki stomatologicznej Wyd. Czelej, Lublin 2013.
2. *Sohrabi M, Ghadimi S, Seraj B*: Comparison of Microleakage of Pedo Jacket Crowns and Stainless Steel Crowns Cemented with Different Cements. *Front Dent* 2019; 16(1): 31-36.
3. *Slavcheva S, Krejci I, Bortolotto T*: Luting of ceramic crowns with a self-adhesive cement: Effect of contamination on marginal adaptation and fracture strength. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2013; 18(5): 799-803.
4. *Jaberi Ansari Z, Kalantar Motamedi M*: Microleakage of Two Self-Adhesive Cements in the Enamel and Dentin After 24 hours and Two Months. *J Dent* 2014; 11(4): 418-427.
5. *Mundim FM, Garcia LaF, Cruvinel DR, Lima FA, Bachmann L, Panzeri Pires-de-Souza FeC*: Color stability, opacity and degree of conversion of pre-heated composites. *J Dent* 2011; 39(1): 25-29.
6. *Tauböck TT, Tarle Z, Marovic D, Attin T*: Pre-heating of high-viscosity bulk-fill resin composites: Effects on shrinkage force and monomer conversion. *J Dent* 2015; 43(11): 1358-64.
7. *Sabatini C, Blunck U, Denehy G, Munoz C*: Effect of Pre-heated Composites and Flowable Liners on Class II Gingival Margin Gap Formation. *Oper Dent* 2010; 35(6): 663-671.
8. *Nada K, El-Mawafy O*: Effect of Precuring Warming on Mechanical Properties of Restorative Composites. *J Dent* 2011; 1-5.
9. *Ilie N, Hilton TJ, Heintze SD, Hickel R, Watts DC, Silikas N, Stansbury JW, Cadenaro M, Ferracane JL*: Academy of Dental Materials guidance – Resin composites: Part I – Mechanical properties. *Dent Mat* 2017; 880-894.
10. *Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg F, Braga RR*: Effect of temperature on composite polymerization stress and degree of conversion. *Dent Mater* 2014; 30(6): 613-618.
11. *Lucey S, Lynch CD, Ray NJ, Burke FM, Hannigan A*: Effect of pre-heating on the viscosity and microhardness of a resin composite. *J Oral Rehabil* 2010; 37: 278-282.
12. *Craig RG*: Materiały stomatologiczne. Elsevier, Wrocław 2008.
13. *Morais A, Santos AR, Giannini M, Reis AF, Rodrigues JA, Arrais CA*: Effect of pre-heated dual-cured resin cements on the bond strength of indirect restorations to dentin. *Braz Oral Res* 2012; 26(2): 170-176.
14. *D'Arcangelo C, De Angelis F, Vadini M, D'Amario M*: Clinical evaluation on porcelain laminate veneers bonded with light-cured composite: results up to 7 years. *Clin Oral Invest* 2012; 16: 1071-1079.
15. *D'Arcangelo C, Zarow M, De Angelis F, Vadini M, Paolantonio M, Giannoni M, D'Amario M*: Five-year retrospective clinical study of indirect composite restorations luted with a light-cured composite in posterior teeth. *Clin Oral Invest* 2014; 18: 615-624.
16. *Sokołowski G, Szczesio-Włodarczyk A, Konieczny B, Sokołowski J*: Ocena porównawcza właściwości mechanicznych cementów żywicznych, samoadhezyjnych i samotrąjących. *Protet Stomatol* 2018; 68(4): 415-424.
17. *Arora V, Arora P, Shammrani AA, Fahmi MK*: Devices & Methods for pre-heating/pre-warming Dental Resin Composites: A Critical

- Appraisal. *Int J Oral Health Med Res* 2017; 4(2): 52-55.
18. *Bojar W, Chladek W, Karczewicz A, Kobyłecki W*: Moduł Young'a i wytrzymałość na ściskanie wybranych materiałów do odbudowy zębów bocznych. *Badania porównawcze i modelowe. Nowa Stomatol* 2001; 3: 22-27.
19. *Podlewska M, Nowak J, Półtorak K, Sokołowski J, Łukomska-Szymańska M*: Metody badania parametrów wytrzymałości mechanicznych materiałów kompozytowych. *J Dent* 2015; 5(57): 92-98.
20. *Zhang YR, Du W, Zhou XD, Yu HY*: Review of research on the mechanical properties of the human tooth. *Int J Oral Science* 2014; 6: 61-69.
21. *Kumbuloglu O, Lasilla L, Valittu P*: A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. *Int J Prosthodont* 2004; 3: 357-363.
22. *Żuławnik A, Cierech M, Rączkiewicz M*: Wpływ wzrostu temperatury materiałów złożonych na jakość cementowania adhezyjnego – przegląd piśmiennictwa. *Protet Stomatol* 2019; 69(4): 437-443.

Zaakceptowano do druku: 13.05.2020 r.

Adres autorów: 02-097 Warszawa, ul. Binińskiego 6.

© Zarząd Główny PTS 2020.