

DENTAL CADMOS

E S T R A T T O

Dental Cadmos 2008; vol. 76, 5: 45-53

Determinazione dei parametri di un nuovo vetropolimero. Studio sperimentale

P. Cardelli, F. Balestra, M. Montani, M. Gallio, A. Barlattani jr



ELSEVIER
MASSON

Determinazione dei parametri di un nuovo vetropolimero. Studio sperimentale

P. Cardelli, F. Balestra, M. Montani, M. Gallio, A. Barlattani jr

Università degli Studi di Roma "Tor Vergata" - CLOPD - Cattedra di Protesi Dentaria - Titolare: prof. A. Barlattani
Ospedale "San Giovanni Calibita" Fatebenefratelli - Roma - Unità Operativa Complessa di Odontostomatologia -
Direttore: prof. C. Arcuri

1. Introduzione

La ricerca nel campo dei materiali dentari ha portato allo svilup-

po di una nuova categoria di polimeri pensati per applicazioni nel campo della protesi fissa tradizionale e nell'implanto-protesi:

i compositi da laboratorio (1, 5, 7-9).

In base alla percentuale di riempitivo in volume, che indica a dif-

Riassunto

La ricerca nel campo dei materiali dentari ha portato allo sviluppo di una nuova categoria di polimeri pensati per applicazioni nel campo della protesi fissa tradizionale e nell'implanto-protesi: i compositi da laboratorio.

Questa categoria di materiali può essere classificata in due gruppi:

1) compositi da laboratorio di prima generazione: prevalgono la percentuale di matrice resinosa in volume (2/3 matrice, 1/3 riempitivo);

2) compositi da laboratorio di seconda generazione, in cui a prevalere è la percentuale di riempitivo in volume (2/3 filler, 1/3 matrice).

Questo lavoro mira a determinare le caratteristiche meccaniche di un nuovo composito di seconda generazione (Dei Experience-Dei Italia) secondo le specifiche richieste dalla normativa corrente (ISO 10477), al fine di eseguire un'analisi comparativa con altri vetropolimeri presenti in commercio.

Sono stati effettuati test meccanici dei campioni preparati secondo la tecnica di realizzazione dei manufatti odontotecnici metal-free con lo scopo di individuarne il campo di

utilizzo più idoneo nella pratica clinica. Sono stati preparati 4 gruppi di campioni e utilizzata una sola tinta del materiale (massa dentina A3). Tutti i campioni sono stati realizzati con la stratificazione di 1 mm di materiale, seguita da un ciclo di polimerizzazione di 75 secondi. Al termine, e dopo la ricopertura con un gel a base di glicerina, i campioni sono stati conservati in acqua distillata a 37°C per 48 ore.

Il materiale studiato ha rivelato un comportamento isotropo, ossia la struttura reticolare a livello atomico è uniforme. Dall'analisi dei risultati ottenuti, si può concludere che il materiale in esame, in rapporto alle sue proprietà meccaniche, risulta indicato in tutte quelle situazioni in cui si voglia usufruire di un manufatto protesico che, in virtù di ottime proprietà elastiche, sia capace di assorbire i carichi masticatori senza andare incontro a cedimenti strutturali.

Parole chiave odontoconsult.it

Compositi da laboratorio

Test meccanici

Manufatti odontotecnici metal-free

Abstract

Mechanical properties of a last generation glass polymer: an experimental study

INTRODUCTION. Research of new dental materials has developed a new class of composites polymers for both traditional and implant prosthesis. These materials may be divided in two groups: a) first generation composites with a prevailing volume percentage of resinous matrix (2/3 matrix - 1/3 filler); b) second generation composites with a prevailing volume percentage of filler (2/3 filler 1/3 matrix). **AIM OF THE WORK.** To define the mechanical properties of a new second generation composite according to current specific requirements (ISO 10477), in order to perform a comparative analysis with other glass polymers available on the market.

MATERIAL AND METHODS. Mechanical tests were performed on material samples prepared according the metal-free technique in order to identify their most suitable clinical

indication. Four samples were prepared with the same colour (dental mass A3); any layer was 1 mm thick and was polymerised for 75 seconds. Finally the samples were coated with a glicerine-base gel and stored in distilled water at 37°C for 48 hours.

RESULTS. The new material showed to be isotropic, i.e. its atomical lattice is uniform. **CONCLUSIONS.** After analyzing the results the Authors conclude that the new material, thanks to its mechanical properties, is indicated whenever the prosthetic framework must be very elastic and able to resist to functional loads without failure risks.

Key words

Laboratory composites
Mechanical tests
Metal-free prosthodontics frameworks

ferenza della percentuale in peso la vera struttura di un composito in quanto espressione della reale proporzione di ogni componente, questa categoria di materiali può essere classificata in due gruppi (16-18):

1) compositi da laboratorio di prima generazione: prevale la percentuale di matrice resinosa in volume (2/3 matrice, 1/3 riempitivo);
2) compositi da laboratorio di seconda generazione, in cui a prevalere è la percentuale di riempitivo in volume (2/3 filler, 1/3 matrice).

Scopo del lavoro

Questo lavoro mira a determinare le caratteristiche meccaniche di un nuovo composito di seconda generazione (Dei Experience-Dei Italia) secondo le specifiche richieste dalla normativa corrente (ISO 10477), al fine di eseguire un'analisi comparativa con altri vetropolimeri presenti in commercio. Sono stati inoltre effettuati test meccanici dei campioni preparati secondo la tecnica di realizzazione dei manufatti odontotecnici metal-free con lo scopo di individuare il campo di utilizzo più idoneo nella pratica clinica.

2. Materiali e metodi

Il prodotto testato è un composito da laboratorio di seconda generazione fotoattivato caricato al 77% con particelle vetro-ceramiche, composizione:

- matrice resinosa 22,5% (Bis-Gma, Udma, Tedma, Ebpa-Dma),
- additivi 0,5% (catalizzatori, stabilizzanti, pigmenti, agenti fluorescenti),
- filler 77% (riempitivi vetrosi, silice pirogenica).

Al fine di ridurre ogni possibile variabile è stata utilizzata una sola tinta del materiale: massa dentina A3.

Sono stati preparati 4 gruppi di campioni:

- gruppo A: secondo la normativa ISO 10477 sono stati realizzati 5 campioni per test di flessione a tre punti delle dimensioni di 10 cm x 1,5 cm x 0,3 cm (*fig. 1*);
- gruppo B: secondo le indicazioni ricevute dall'odontotecnico circa la tecnica utilizzata per la fabbricazione di ponti metal-free in vetropolimero con struttura di rinforzo in fibra di vetro, sono stati preparati 10 provini per test di flessione a tre punti delle dimen-

sioni di 10 cm x 1,5 cm x 0,3 cm realizzati in Dei Experience con rinforzo in Dei Fiber Multi Bridge disposto a rete (*fig. 2*);

- gruppo C: sono stati approntati 10 provini per test di flessione a tre punti delle dimensioni di 10 cm x 1,5 cm x 0,3 cm realizzati stratificando Dei Experience con rinforzo in Dei Fiber Multi Bridge e Fibre Composite (*fig. 3*);

- gruppo D: sono stati confezionati inoltre 20 campioni in Dei Experience con dimensioni di 2 cm x 1 cm x 1 cm per test convenzionale di compressione, riproducendo la tecnica dello stampaggio in muffola utilizzata in laboratorio dall'odontotecnico per la lavorazione di manufatti protesici realizzati in vetropolimero (*fig. 4*).

Tutte le prove sperimentali che coinvolgono materiali con matrice resinosa devono tenere presente un fattore altamente condizionante: la polimerizzazione della resina (15).

Come ben noto, i compositi, a causa della reazione di polimerizzazione della matrice resinosa, subiscono una contrazione perché durante la polimerizzazione la distanza tra le molecole di mono-

mero si riduce fino a tre volte per l'instaurarsi di legami covalenti che si sostituiscono ai legami di Van der Waals (20).

Al fine di limitare questo fenomeno i campioni sono stati approntati eseguendo stratificazioni di 1 mm di materiale per volta, allo scopo di garantire una corretta polimerizzazione e una riduzione della contrazione della matrice resinosa (11).

La scelta della sorgente di luce per la cottura del materiale deve essere rigorosa.

Dagli studi eseguiti da diversi Autori è emerso che i vetropolimeri

presentano due picchi di conversione monomero-polimero, il primo a 360 nanometri e il secondo a 470 nanometri (14, 17, 19).

Appare evidente come l'intervallo di lunghezza d'onda debba comprendere questi due valori al fine di garantire l'indurimento del 100% del materiale (13).

Inoltre l'intervallo deve essere il più breve possibile per consentire che i tempi di polimerizzazione non siano eccessivamente lunghi (19).

Per la polimerizzazione del composito è stato utilizzato l'apparecchio Dei Experience Lamp che

presenta una gamma di penetrazione dello spettro di luce compreso tra 300 e 700 nanometri e un picco di intensità pari a 450-470 nanometri.

Tutti i campioni sono stati realizzati eseguendo una tecnica standardizzabile e ripetibile che prevede la stratificazione di 1 mm di materiale a cui segue un ciclo di polimerizzazione di 75 secondi per ottenere il fissaggio della massa di composito. Questo passaggio viene ripetuto fino all'ottenimento della geometria desiderata. Al termine di questa procedura ogni campione è stato ricoperto

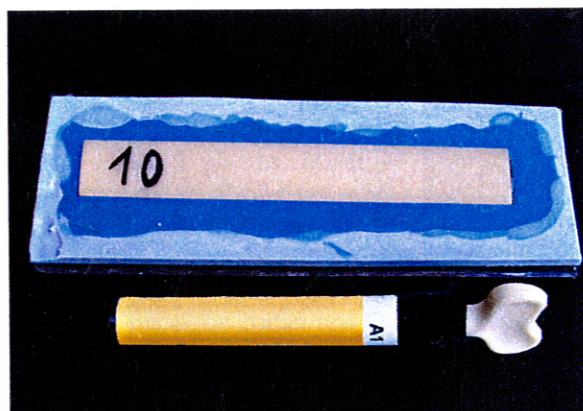


Fig. 1 Gruppo A: campione per test di flessione (10x1,5x0,3 cm) realizzati in Dei Experience

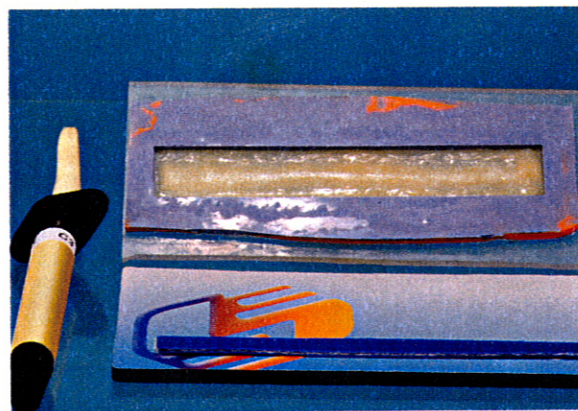


Fig. 2 Gruppo B: campione per test di flessione (10x1,5x0,3 cm) realizzato in Dei Experience e rinforzo in Dei Fiber Multi Bridge

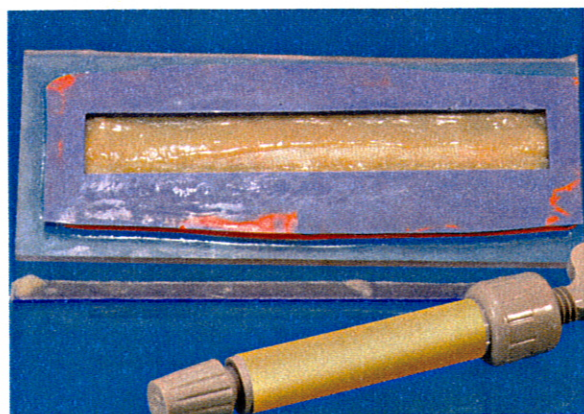


Fig. 3 Gruppo C: campione per test di flessione (10x1,5x0,3 cm) preparati in Dei Experience e rinforzo in Dei Fiber Multi Bridge e Fibre Composite

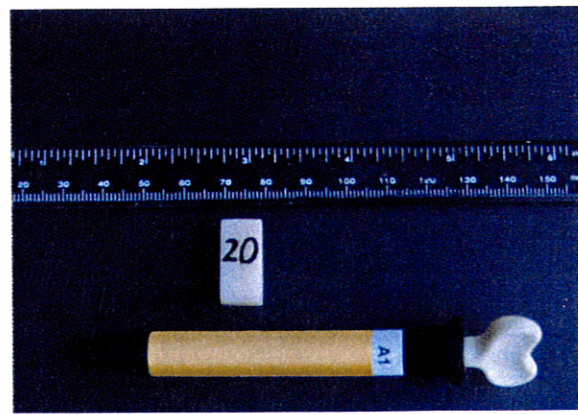


Fig. 4 Gruppo D: campione per test di compressione (1x1x2 cm) preparati in Dei Experience

con un gel a base di glicerina al fine di creare un ambiente anaerobio per consentire così una completa polimerizzazione della matrice resinosa anche nello strato superficiale (1-100 micron,) nel rispetto di quanto evidenziato da Ruyter nel 1981 (11).

Tutti i provini sono stati numerati e conservati in acqua distillata a 37°C in ambiente buio per testarli dopo 48 ore.

Per il testaggio dei campioni è stata utilizzata la macchina Instron 5556.

Il controllo elettronico della macchina ha permesso di inserire in maniera ottimale tutte le specifiche richieste per l'effettuazione dei test. I parametri della macchina sono stati: umidità: 50%, temperatura: 20°C, velocità di spostamento: $1,3 \pm 0,3$ mm/min, carico massimo: 20 KN.

Per i campioni appartenenti ai gruppi A, B e C sono stati eseguiti test di flessione a tre punti rispettando tutte le specifiche richieste dalla normativa ISO 10477 (10) (fig. 5).

I provini appartenenti al gruppo D sono stati sottoposti a test di compressione con applicazione del carico parallelo e perpendicolare alla direzione di laminazione dei singoli strati di composito (fig. 6).

3. Risultati

Il modulo di Young e la resistenza alla flessione riscontrati per i campioni dei gruppi A, B e C sono:

- gruppo A:
 - modulo di Young: 13.07 Gpa
 - resistenza alla flessione: 127.69 Mpa
- gruppo B:
 - modulo di Young: 12.29 Gpa
 - resistenza alla flessione: 92.59 Mpa
- gruppo C:
 - modulo di Young: 11.62 Gpa
 - resistenza alla flessione: 55.77 Mpa (tabella I).

Il modulo di Young in compressione e lo sforzo massimo in compressione per i provini del gruppo D con carico applicato perpendicolarmente e parallelamente alla direzione di stratificazione del composito sono:

- gruppo D con carico perpendicolare:

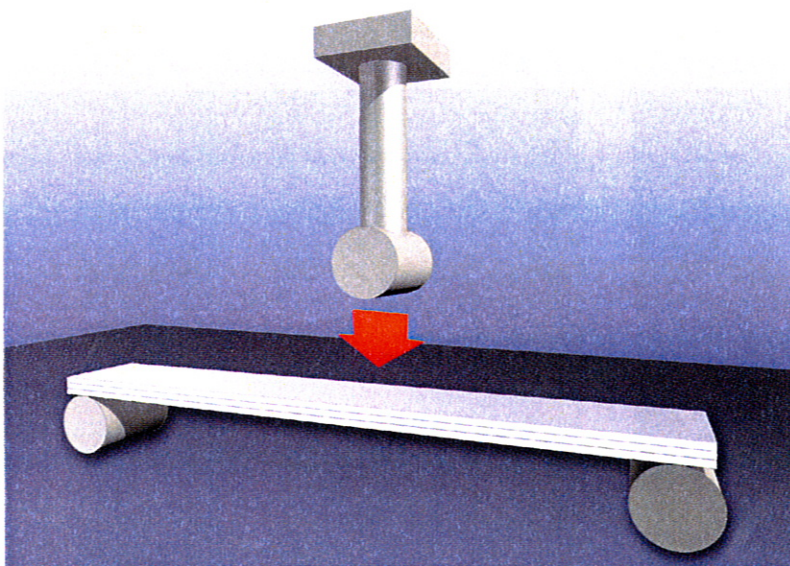


Fig. 5 Test di flessione a tre punti

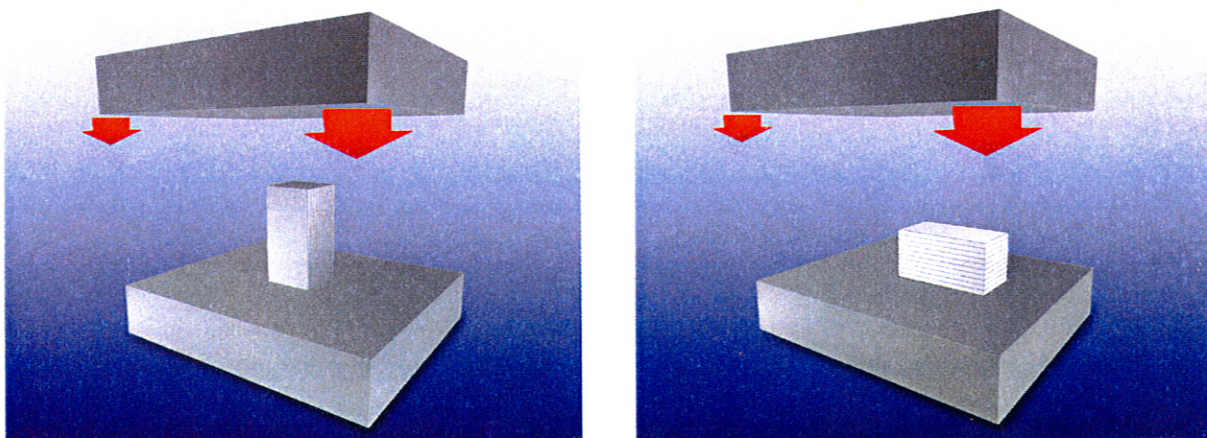


Fig. 6 Test di compressione con carico perpendicolare e parallelo alla direzione di stratificazione del composito

Tabella I Risultati del test di flessione

Test di flessione	Modulo Young (Gpa)	Resistenza in flessione (Mpa)
Gruppo A	13.07	127.69
Gruppo B	12.29	92.59
Gruppo C	11.62	55.77
Deviazione standard	±0,7257	±35,963

Tabella II Risultati del test di compressione

Test di compressione (gruppo D)	Modulo di Young in compressione (Mpa)	Sforzo max in compressione (Mpa)
Carico parallelo	21.535,44	150,47
Deviazione standard	±528,16	±3,56
Carico perpendicolare	19.191,84	267,43
Deviazione standard	±315,20	±5,14

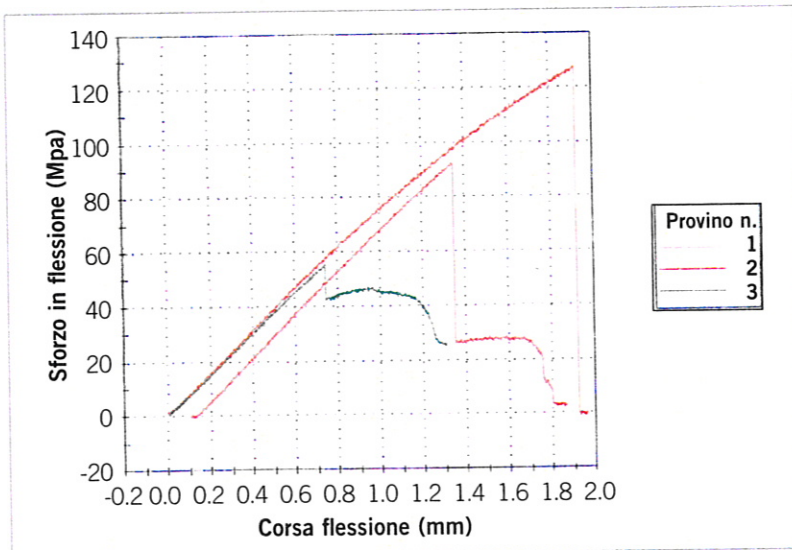


Fig. 7 Test di flessione dei gruppi A, B e C: curve carico-deformazione

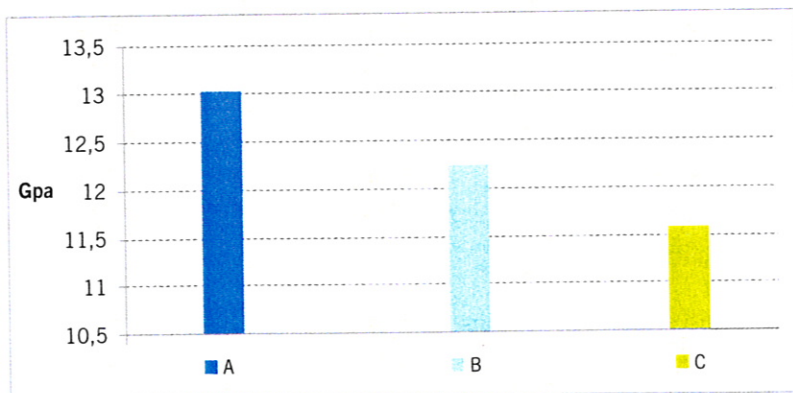


Fig. 8 Modulo di Young (E) in flessione dei campioni dei gruppi A, B, C

- modulo di Young in compressione: 19.191,84 Mpa
- sforzo massimo in compressione: 267.43 Mpa
- gruppo D con carico parallelo:
 - modulo di Young in compressione: 21.535,44 Mpa
 - sforzo massimo in compressione: 150,47 Mpa (tabella II).

4. Discussione

L'analisi delle curve carico-deformazione riscontrate per i campioni sottoposti a test di flessione (gruppi A, B e C) ha evidenziato all'inizio del test come un piccolo incremento di sollecitazione corrisponda a una deformazione notevolmente superiore (a parità di incremento di carico) rispetto a quanto si evidenzia in seguito (fig. 7). Questo comportamento è da imputare al fatto che gli attrezzaggi di flessione devono arrivare alle superfici dei provini, che evidentemente, per quanto accurata sia stata la metodica di confezionamento, appaiono irregolari. Quando gli elementi di carico risultano in intimo contatto con la superficie del campione, l'andamento del diagramma diventa lineare in prima approssimazione. Nel grafico, se ogni valore di forza viene diviso per il suo valore corrispondente di deformazione, si ottiene una costante di proporzionalità, nota come modulo di elasticità (E) o modulo di Young. Essendo il modulo di Young correlato all'inclinazione della curva forza-distanza interatomica per un dato materiale, esso corrisponde alla rigidità del materiale stesso (12). I valori di E riscontrati nei test di flessione evidenziano un comportamento più elastico dei campioni appartenenti al gruppo C rispetto a quelli dei gruppi B e A (fig. 8). Questo comportamento è da imputare alla presenza delle fibre di

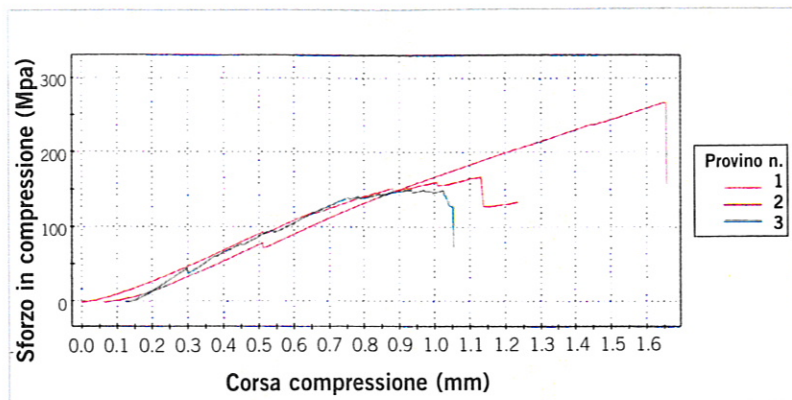


Fig. 9 Test di compressione del gruppo D: curve carico-deformazione

vetro disperse nel materiale di rinforzo Dei Fiber Multi Bridge e Dei Fibre Composite che permettono al provino di assumere un atteggiamento più elastico quando sottoposto a carico flessionale (2). Questo studio ha preso in esame anche il comportamento meccanico in compressione del materiale testato, poiché questo metodo di analisi offre rispetto al test di flessione il vantaggio di poter portare al limite le performance del materiale (15) (tabella II).

Quanto detto riveste un'importanza non trascurabile al fine di giustificare l'introduzione di manufatti nel cavo orale, dove gli stress offerti dalla funzione masticatoria mettono facilmente in discussione la stabilità nel tempo delle nostre reintegrazioni protesiche.

La figura 9 esprime il comportamento dei provini del gruppo D sottoposti a test di compressione secondo un carico applicato perpendicolarmente e parallelamente alla direzione di stratificazione delle masse di composito.

Analizzando il grafico, si può osservare un andamento della curva carico-deformazione tipico di quei materiali che, sottoposti a forze compressive si comportano in maniera elastica, cioè presentano la capacità di assorbire i carichi deformandosi per poi tornare

alle dimensioni originali una volta che la forza deformante viene allontanata (3). Tutto ciò è vero se non si supera il limite di snervamento, che per il materiale studiato corrisponde a valori compresi tra 150 e 260 Mpa.

Un dato sicuramente interessante emerso dal test di compressione è che i valori del modulo di Young (E) riscontrati per applicazioni di carico perpendicolari e parallele alla stratificazione delle masse di composito non si discostano in misura importante tra di loro (carico perpendicolare 19.191,84 Mpa, carico parallelo 21.535,44 Mpa), il che indica un comportamento isotropo del materiale studiato, ovvero che la struttura reticolare a livello atomico è uniforme (2, 6).

Questo risultato acquista un valore di rilievo: sappiamo infatti come nel cavo orale le forze attive agiscono con diverse direzioni e avere a disposizione un materiale isotropo può prevenire problematiche relative a cedimenti strutturali del restauro protesico.

5. Conclusioni

Dall'analisi dei risultati ottenuti, si può concludere che il materiale in esame, in rapporto alle sue proprietà meccaniche, risulta indicato

in tutte quelle situazioni in cui si voglia usufruire di un manufatto protesico che, in virtù di ottime proprietà elastiche sia capace di assorbire i carichi masticatori senza andare incontro a cedimenti strutturali.

La possibilità di reintegrare uno o più elementi dentari mediante un prodotto che possiede come quello in oggetto un modulo di Young molto vicino a quello della dentina (15-16 Mpa) apre la strada al recupero funzionale di situazioni cliniche difficili, come per esempio elementi dentari che presentano un ridotto apparato parodontale, permettendo, attraverso una risposta elastica ai carichi offerti dalla funzione masticatoria, una minore sollecitazione dell'apparato parodontale.

La versatilità del materiale ne permette pure un utilizzo in impianto-protesi, dalla realizzazione di strutture provvisorie in condizioni di carico immediato a manufatti definitivi metal-free.

Bibliografia

- Behr M, Rosentritt M, Lang R. Glass-fibre reinforced-composite fixed partial dentures on dental implants. *J Oral Rehabil* 2001; 28: 895-902.
- Vallittu PK. Some aspects of tensile strength of unidirectional glass fibre-polymethyl methacrylate composite used in dentures. *J Oral Rehabil* 1998; 25: 100-5.
- Kanayama H, Kanie T, Inoue K. Dynamic viscoelastic properties of photo-activated composite resins containing short glass fibres. *J Oral Rehabil* 2000; 27: 1034-41.
- Rosentritt M, Behr M, Lang R. Experimental design of FPD made of all-ceramics and fibre-reinforced composite. *Dent Mater* 2000; 16: 159-65.
- Fournet A. Nouvelle utilisation des matériaux composites en prothèse fixée. *Rev Française des Prothésistes Dentaires*, Novembre 1994.
- Huchet L. Mesures de dureté de 28 échantillons en matériau composite, soit 224 mesures. Résultats à partir de

- la durezza Vickers. Procès verbal CETIM n. 6.
7. Bontuiri JC. Utilisation d'un nouveau matériau en prothèse fixée. *Information Dentaire* 1995; 77(8): 555-6.
 8. Fouquier R. Une nouvelle génération de résines. *Prothese Dentaire* 1995; 100: 13-5.
 9. Delahaye A et al. Nouveau matériau pour prothèse fixée. *Chirurgien Dentiste de France* 1995; 739: 49-51.
 10. Poussin D, Le Yhuelic D. Caractérisation de résines pour prothèse dentaire, Cisaillement, Compression, Dureté Vickers et Rochvell, taux de charge. Thermogrammes. Procès verbal CETIM n. 6/024857/651/4k Aprile 1998.
 11. Ruyter IE, Oysaed II. Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. *Acta Odontol Scand* 1982; 39(3): 133-46.
 12. Scohy JY. Contribution à l'évaluation mécanique des résines composites pour technique indirecte. Thèse pour le diplôme d'état de Docteur en Chirurgie-Dentaire, Febbraio 1998.
 13. Poussin D, Huciet L. Caractérisation de composites dentaires: Essais de dureté, N° 61026026165014A, Dicembre 1995.
 14. Touati B. Les composites de laboratoire de seconde génération. *Information Dentaire* 1996; 78(3): 175-83.
 15. Wendt SL. Effetti del calore come fonte secondaria di polimerizzazione sulle proprietà fisiche di tre compositi, I parte. Resistenza diametrale alla trazione, resistenza alla compressione e stabilità dimensionale marginale. *Quintessenze Int* 1987; 5: 395.
 16. Touati B. The evolution of aesthetic restorative materials for inlays and onlays: a review. *Int Aesthet Cronicle* 1996; 8(7): 657-66.
 17. Poussin D. A new substance for fixed prostheses. Procès verbal CETIM n. 6/029107/650/4A, Novembre 1996.
 18. Poussin D, Delahaye A. La prothèse dentaire à l'aire du composite. *Flash Info* 1996; 39: 86-8, D.
 19. Thompson VP, Williams EF. Dental resins with reduced shrinkage during hardening. *J Dent Res* 1979; 58(5): 1522-32.
 20. Cook WD, Standish PM. Polymerization kinetics of resin based restorative materials, *Biomed Mater Res* 1983; 17(2): 275-82.

Pervenuto in redazione nel mese di ottobre 2007

Filippo Balestra
via C.C. Dominioni 15
00100 Roma
tel. 339 8956507