

Sveučilište u Zagrebu

Stomatološki fakultet

Ivan Šalinović, Matea Stunja

**MEHANIČKA SVOJSTVA HIBRIDNIH I VISOKOVIKOZNIH
STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA**

Zagreb, 2018.

Ovaj rad izrađen je u Zavodu za endodonciju i restaurativnu stomatologiju Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu u suradnji sa Zavodom za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, pod vodstvom dr. sc. Valentine Brzović Rajić i predan je na natječaj za dodjelu Rektorove nagrade u akademskoj godini 2017./2018.

Popis i objašnjenje kratica korištenih u radu:

SIC – staklenoionomerni cement

ART – atraumatski restaurativni postupak (engl. atraumatic restorative treatment)

SEM – pregledna elektronska mikroskopija (engl. scanning electron microscopy)

FH – maksimalna sila

So – površina poprečnog presjeka uzorka

d – širina uzorka

SADRŽAJ

1. UVOD	1
2. HIPOTEZA I CILJ RADA	3
3. MATERIJALI I METODE	4
3.1 Ispitivani materijali	4
3.2 Priprema uzoraka za određivanje tlačne čvrstoće	4
3.3 Određivanje tlačne čvrstoće	6
3.4 Priprema uzoraka za određivanje tvrdoće	6
3.5 Određivanje tvrdoće uzoraka	7
3.6 Priprema uzoraka za SEM analizu	7
3.7 SEM analiza	8
3.8 Statistička obrada podataka	8
4. REZULTATI	9
5. RASPRAVA	15
6. ZAKLJUČCI	18
7. ZAHVALE	19
8. LITERATURA	20
9. SAŽETAK	23
10. SUMMARY	24

1. UVOD

Ideal kojem se oduvijek težilo kod razvijanja novih restaurativnih materijala u dentalnoj medicini bio je spoj zadovoljavajućih bioloških, mehaničkih i estetskih svojstava. Novo poglavlje u njihovu zbližavanju otvoreno je uvođenjem u primjenu staklenoionomernih cemenata (SIC) tijekom 70-ih godina prošlog stoljeća (1). Sastav SIC-a čine prah i tekućina; prah se sastoji od kalcijsko-aluminijskog fluorsilikatnog stakla, a tekućina je 35 – 65 % vodena otopina poliakrilne kiseline (2). Poboljšanja kvalitete svojstava u proteklim desetljećima rezultirala su primjenom SIC-a u raznim područjima: restaurativnoj dentalnoj medicini, dječjoj stomatologiji, endodontskoj kirurgiji, postendodontskoj opskrbi zuba, atraumatskim restaurativnim postupcima (ART, engl. atraumatic restorative treatment) te primjeni u stomatološkoj protetici (3 – 6).

SIC-i su bioaktivni materijali koji imaju sposobnost otpuštanja fluorida (7) zbog čega, kako se smatra, pospješuju remeralizaciju tvrdih zubnih tkiva i djeluju karijes protektivno. Zbog kemijskog sastava vezuju se izravno na caklinu i dentin ostvarujući kemijsku vezu s tvrdim zubnim tkivom. Postoje različite podjele SIC-a: najjednostavnija podjela podrazumijeva konvencionalne, svjetlosno polimerizirajuće i hibridne staklenoionomerne cemente. Konvencionalni SIC-i razlikuju se s obzirom na udio praška i tekućeg dijela te na količinu Ca^+ i Al^{3+} iona. Prema tom se kriteriju konvencionalni SIC-i mogu podijeliti na viskoviskozne i niskoviskozne SIC-e, koji imaju različitu kliničku primjenu. Hibridni materijali temeljeni na SIC tehnologiji modificirani su staklenim česticama različitih veličina. To svojstvo prema proizvođaču znatno utječe na fizičko-mehanička svojstva materijala. Nadalje, smatra se da se uvođenjem nano zaštitnog premaza (mikrolaminirana tehnika) koji se ugrađuje u materijal dodatno pojačavaju svojstva materijala. Staklohibridni materijal (EQUIA FORTE Fil[®]) i viskoviskozni (EQUIA Fil[®]) klinički se primjenjuju za trajne

restauracije mikrolaminiranom tehnikom. Ketac™ Univesal Aplicap™ također je viskoviskozni SIC, ali bez premaza.

Usporedba kvalitete pojedinih vrsta SIC-a temelji se na različitosti njihovih mehaničkih svojstava, poglavito tlačne čvrstoće i tvrdoće. Navedena mehanička svojstva povezana su s mikrostrukturom materijala (8). Za analizu strukture materijala mogu se koristiti razne tehnike. Pregledna elektronska mikroskopija (engl. Scanning electron microscopy, SEM) pokazala se najprihvatljivijom za ispitivanje svojstava površine materijala, veličine čestica i poroznosti (9).

Za kliničku primjenu novorazvijenih materijala potrebno je utvrditi osnovna svojstva kao što su tlačna čvrstoća, tvrdoća ili primjena SEM-a za analizu strukture materijala.

2. HIPOTEZA I CILJ RADA

Cilj ovog rada bio je odrediti mehanička svojstva dviju vrsta materijala: hibridnih i viskoviskoznih staklenoionomernih cementata.

Nul-hipoteze su:

1. Neće biti razlike u tlačnoj čvrstoći između hibridnih i viskoviskoznih SIC-a.
2. Neće biti razlike u tvrdoći između hibridnih i viskoviskoznih SIC-a.
3. Neće biti razlike u strukturi materijala između hibridnih i viskoviskoznih materijala.

3. MATERIJALI I METODE

3.1 Ispitivani materijali

U ovom istraživanju koristila su se tri SIC-a navedena u Tablici 1. Korišteni cementi pripadaju skupini inkapsuliranih SIC sustava, stoga je svaka kapsula prilikom pripreme postavljena u miješalicu 3M™ ESPE™ CapMix™ (3M ESPE, Seefeld, Njemačka) na osam sekundi, prema uputi proizvođača.

Staklenoionomerni cementi EQUIA Fil® i EQUIA FORTE Fil® spadaju u skupinu mikrolaminiranih SIC-a dok se Ketac™ Universal Aplicap™ ubraja u konvencionalne visokoviskozne materijale. Mikrolaminirani SIC-i novija su generacija materijala s poboljšanim svojstvima te su, prema navodima proizvođača, prvi SIC-i koji se mogu koristiti za izradu trajnih ispuna u stražnjoj regiji (10). Prilikom izrade uzoraka za ispitivanje nije korišten zaštitni premaz te uzorci nisu bili osvjetljeni lampom za polimerizaciju. Dimenzije uzoraka i način pripreme za ispitivanje obaju svojstava rađeni su prema drugim relevantnim ispitivanjima (11, 12). Sva mjerenja obavio je neovisni ispitivač na Zavodu za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu.

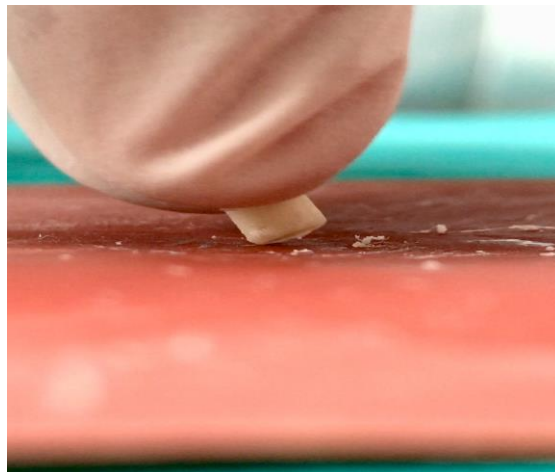
3.2 Priprema uzoraka za određivanje tlačne čvrstoće

Uzorci za ispitivanje tlačne čvrstoće pripremljeni su pomoću kalupa izrađenog od silikona. Kalupi su bili postavljeni na staklenu pločicu te se u njih, neposredno nakon miješanja, aplicirao sadržaj kapsule u suvišku i prekrivio se acetatnom folijom (Slika 1). Na površinu folije primijenio se lagani pritisak kako bi se spriječilo stvaranje mjehurića te postigla ravna i glatka površina. Nakon tri minute uklonila se folija, pločica i višak materijala, a uzorak se potom polirao brusnim papirom (Standard metallographic grinding paper, P1000,

Pace Technologies, Tucson, SAD), (Slika 2) i pohranio u deioniziranu vodu na pet dana pri temperaturi vode od 37°C.



Slika 1. Priprema uzoraka za određivanje tlačne čvrstoće



Slika 2. Poliranje uzoraka

3.3. Određivanje tlačne čvrstoće

Tlačna čvrstoća mjerila se u uređaju VEB (WPM Werkstoffprüfsysteme Leipzig GmbH, Markkleeberg, Njemačka; EU 40 mod; ser.br. /83/35) pri temperaturi od 24,5°C s brzinom porasta opterećenja 20 N/sec. Od svakog materijala izrađeno je 10 uzoraka (n=10). Prosječne dimenzije uzoraka korištenih za određivanje tlačne čvrstoće prikazane su u Tablici 1 te približno iznose 6 mm u visinu i 4 mm u širinu (ISO Standard ISO9917-1). Neposredno prije postavljanja uzoraka u kidalicu njihove su dimenzije izmjerene mikrometrom s preciznošću od 0,01 mm. Tlačna čvrstoća (RH) izračunala se prema formuli

$$RH = \frac{FH}{S_0}, \quad S_0 = \frac{d_0^2 \pi}{4},$$

gdje je **FH** maksimalna sila zbog koje je došlo do loma uzorka, **S₀** površina poprečnog presjeka uzorka, a **d** širina uzorka.

3.4 Priprema uzoraka za određivanje tvrdoće

Za određivanje tvrdoće materijala koristili su se uzorci pripremljeni pomoću namjenski izrađenih teflonskih kalupa s cilindričnim otvorom u sredini, dimenzija 2 mm u visinu i 5 mm u širinu. Za svaki je materijal izrađen po jedan uzorak (n=1). Kalupi su se postavili na staklene pločice na koje je prethodno položena acetatna folija i u njih se aplicirao ispitivani SIC. Nakon toga kalup je i s druge strane prekriven acetatnom folijom, na koju se zatim primijenio lagani pritisak pomoću staklene pločice. Nakon stvrdnjavanja koje je trajalo tri minute uklonile su se staklene pločice, acetatne folije i višak materijala, a uzorak se pohranio u deioniziranu vodu na 25 dana pri temperaturi vode od 37 °C. Napunjeni kalupi prikazani su na Slici 3.



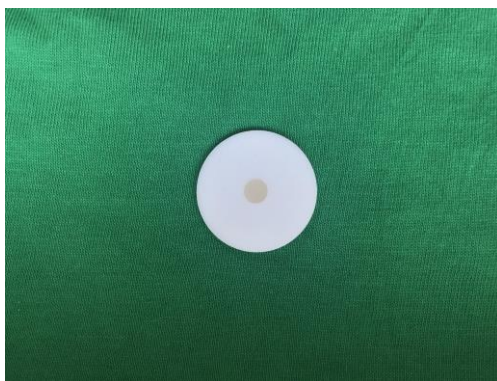
Slika 3. Kalupi za izradu uzoraka za određivanje tvrdoće materijala

3.5 Određivanje tvrdoće uzoraka

Tvrdoća je mjerena pomoću uređaja PMT-3 (OKB Spectr, Sankt - Peterburg, Rusija). Korištena je metoda Vickers s opterećenjem 0,2 x 9,81 N, što odgovara metodi HV0,2.

3.6 Priprema uzoraka za SEM analizu

Za SEM analizu koristio se po jedan uzorak od svakog ispitivanog materijala (n=1). Uzorci su pripremani u teflonskim kalupima s cilindričnim otvorom u sredini, dimenzija 2 mm u visinu i 5 mm u širinu (Slika 4). Nakon stvrdnjavanja koje je trajalo tri minute, uzorci su podvrgnuti brušenju i poliranju. Brusilo se brusnim papirom (Standard metallographic grinding paper, Pace Technologies, Tucson, SAD), od grubljeg prema finijem – P320, P500, P1000, P2400, P4000 – uz vodeno hlađenje. Brzina okretaja iznosila je 300 okretaja u minuti, a sila pritiska bila je jednaka ručnoj sili. Uzorci su polirani dijamantnim pastama 3um i 1um u dva koraka, pri brzini od 150 okretaja u minuti i sili pritiska od 30 N. Neposredno prije analize svi su uzorci ohlađeni i podmazani.



Slika 4. Kalup za izradu uzoraka za SEM analizu

3.7. SEM analiza

Preglednim elektronskim mikroskopom Vega (Tescan, Brno, Češka) utvrdila se mikrostruktura svakog ispitivanog uzorka.

3.8 Statistička obrada podataka

Za usporedbu vrijednosti obilježja između različitih vrsta ispuna korišten je ANOVA-test dok je za višestruku usporedbu korišten Tukeyev test. Analiza je napravljena pomoću statističkog paketa SAS na Windows platformi. Svi su testovi rađeni uz razinu značajnosti $\alpha=0.05$.

Tablica 1. Nazivi i dimenzije ispitivanih materijala (srednje vrijednosti i standardna devijacija)

materijal (proizvođač)	EQUIA Fil [®] , (GC, Leuven, Belgija)		EQUIA FORTE Fil [®] , (GC, Leuven, Belgija)		Ketac [™] Universal Aplicap [™] , (3M ESPE, Seefeld, Njemačka)		ANOVA
	sr.vr.	st.d.	sr.vr.	st.d.	sr.vr.	st.d.	p
Širina (mm)	4,05	(0,06)	4,03	(0,03)	4,07	(0,06)	0,28
Visina (mm)	5,95	(0,09)	6,01	(0,09)	6,17	(0,11)	<0,0001 ³

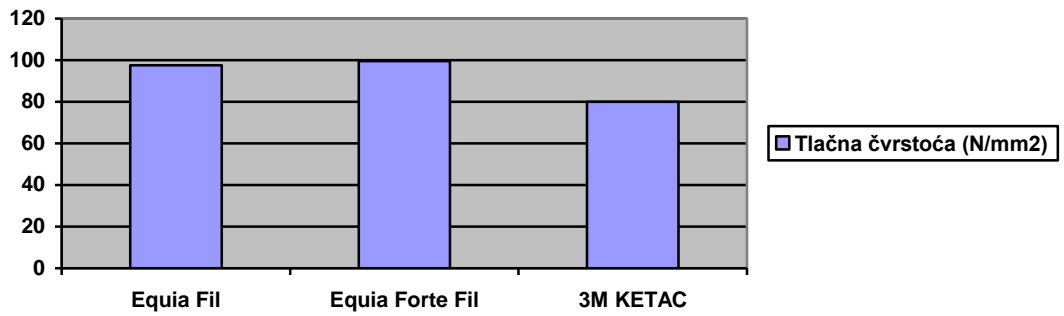
4. REZULTATI

Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće i tvrdoće ispitivanih materijala prikazani su u Tablici 2. Maksimalna sila (*FH, engl. High force*) koristila se za izračunavanje tlačne čvrstoće. Rezultati upućuju na to da ne postoji značajnija razlika u tlačnoj čvrstoći između ispitivanih materijala, stoga je prva nul-hipoteza prihvaćena (Slika 5). Za svaki ispitivani materijal prikazan je pomak traverze uređaja pod djelovanjem sile (Slike 13 – 15). Prva zelena točka prikazuje djelovanje maksimalne sile, a druga silu pri kojoj je došlo do pucanja uzorka. Promatrajući tvrdoću, uočavaju se veće vrijednosti kod Ketac™ Universal Aplicap™ materijala u odnosu na EQUIA Fil® i EQUIA FORTE Fil® SIC-a (Slika 6), čime je druga nul-hipoteza odbačena.

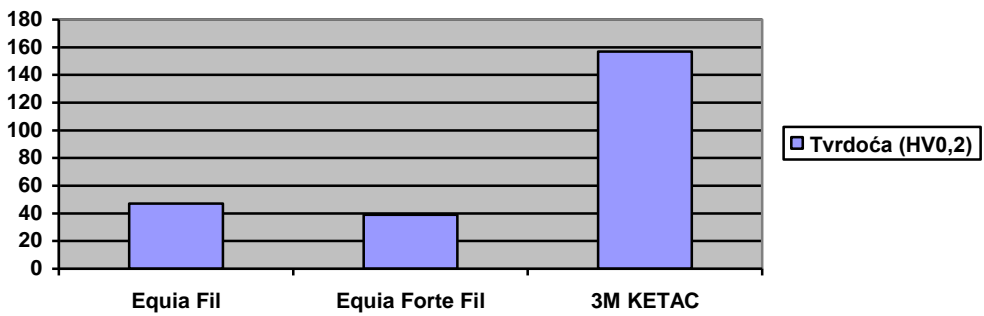
SEM analiza strukture pokazala je kohezivne pukotine u svim ispitivanim uzorcima (Slike 7 – 12). Time je treća nul-hipoteza da nema razlike u strukturi materijala između hibridnih i viskoviskoznih materijala potvrđena.

Tablica 2. Rezultati tlačne čvrstoće te tvrdoće ispitivanih materijala

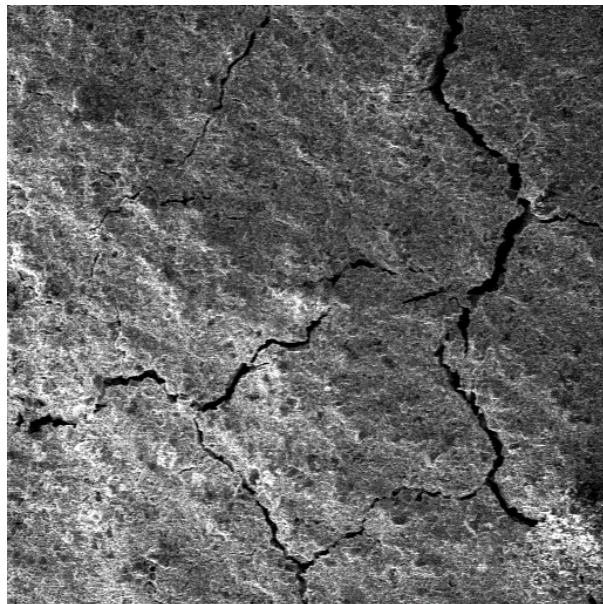
	EQUIA Fil®		EQUIA FORTE Fil®		Ketac™ Universal Aplicap™,		ANOVA
	sr.vr.	st.d.	sr.vr.	st.d.	sr.vr.	st.d.	p
maksimalna sila (N)	1259,7	(635,9)	1277,3	(695,2)	1046,4	(519,2)	0,66
tlačna čvrstoća (N/mm ²)	97,6	(49,1)	99,6	(53,6)	80,0	(38,7)	0,60
tvrdoća (HV0,2)	47		39		157		



Slika 5. Rezultati ispitivanja tlačne čvrstoće materijala

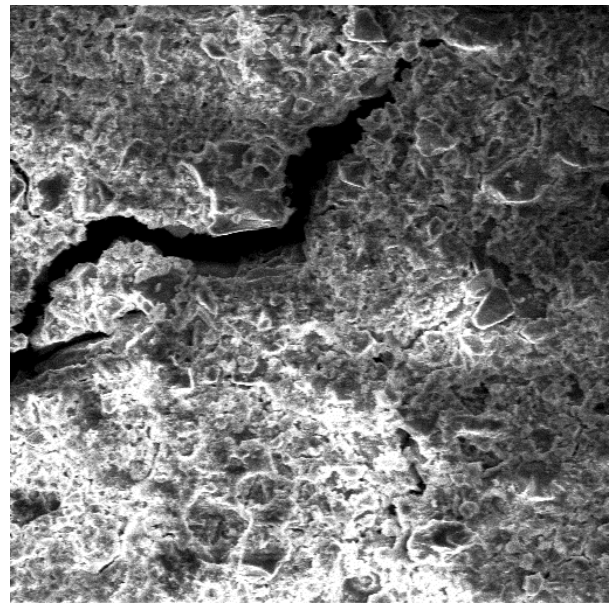


Slika 6. Rezultati ispitivanja tvrdoće materijala



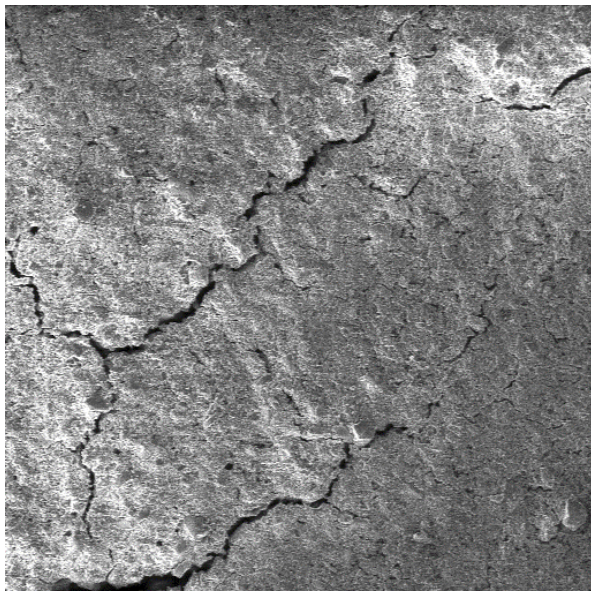
SEM MAG: 200 x Name: 11 200 μm Vega ©Tescan
 DET: SE Detector DATE: 03/30/18 Digital Microscopy Imaging
 VAC: HiVac Device: TS5136MM

Slika 7. SEM prikaz uzorka Ketac™ Universal Aplicap™ SIC-a (200x)



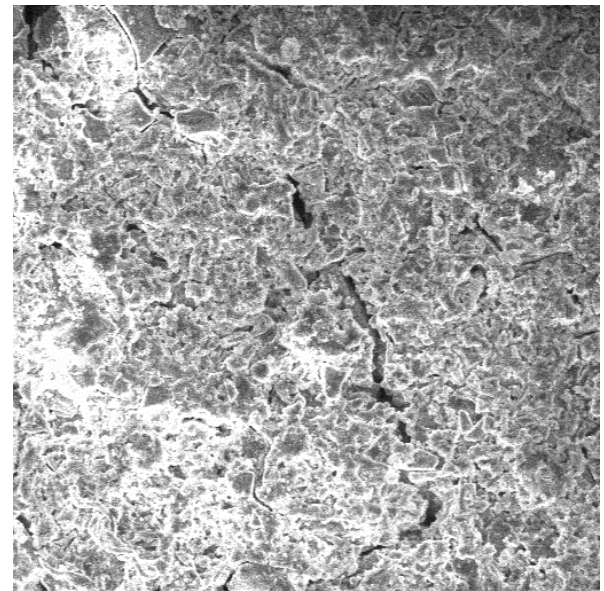
SEM MAG: 1.00 kx Name: 12 50 μm Vega ©Tescan
 DET: SE Detector DATE: 03/30/18 Digital Microscopy Imaging
 VAC: HiVac Device: TS5136MM

Slika 8. SEM prikaz uzorka Ketac™ Universal Aplicap™ SIC-a (1000x)



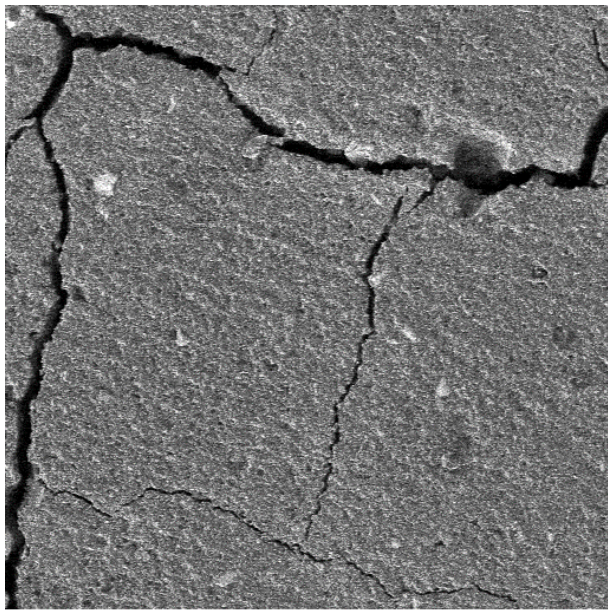
SEM MAG: 200 x Name: 21 200 μm Vega ©Tescan
 DET: SE Detector DATE: 03/30/18 Digital Microscopy Imaging
 VAC: HiVac Device: TS5136MM

Slika 9. SEM prikaz Equia Fil® SIC-a (200x)



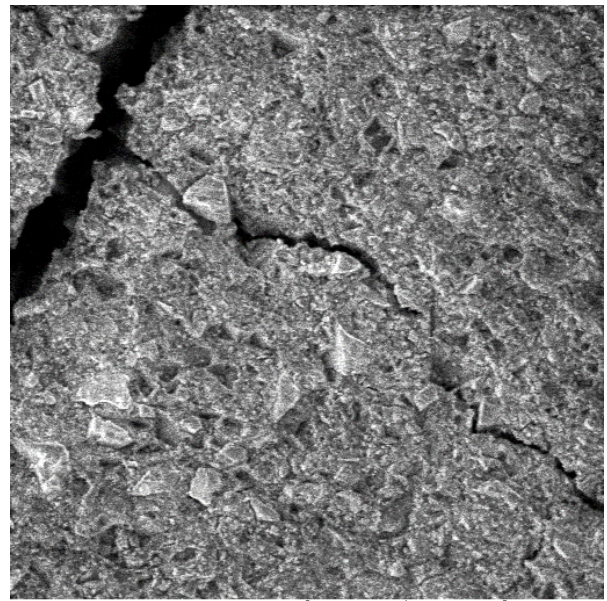
SEM MAG: 1.00 kx Name: 221 50 μm Vega ©Tescan
 DET: SE Detector DATE: 03/30/18 Digital Microscopy Imaging
 VAC: HiVac Device: TS5136MM

Slika 10. SEM prikaz Equia Fil® SIC-a (1000x)



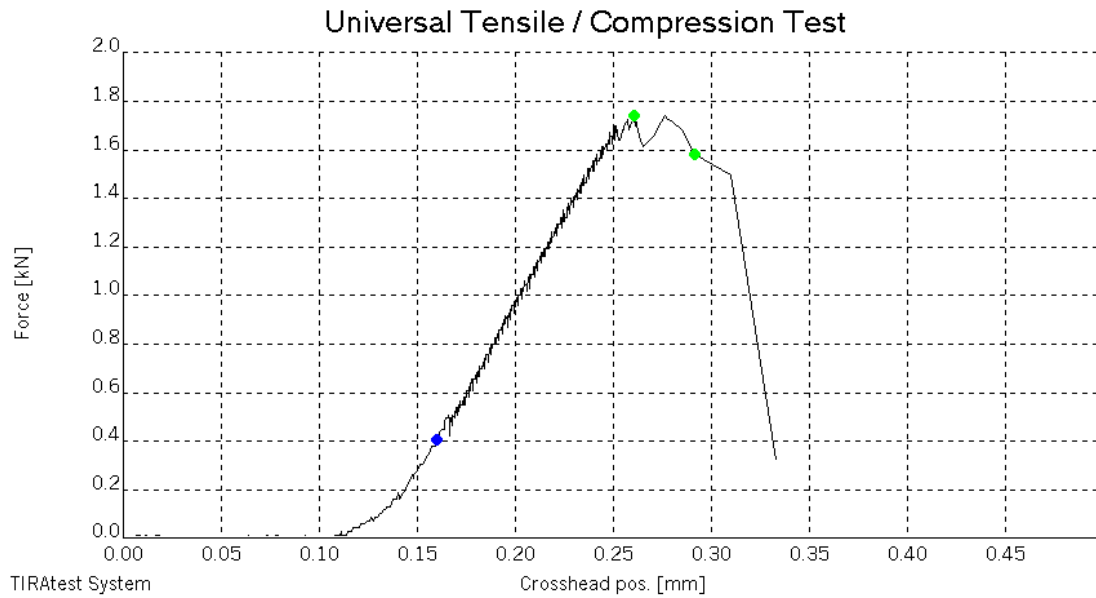
SEM MAG: 200 x Name: 312
DET: SE Detector DATE: 03/30/18 200 um Vega ©Tescan
VAC: HiVac Device: TS5136MM Digital Microscopy Imaging

Slika 11. SEM prikaz Equia FORTE Fil® SIC-a
(200x)

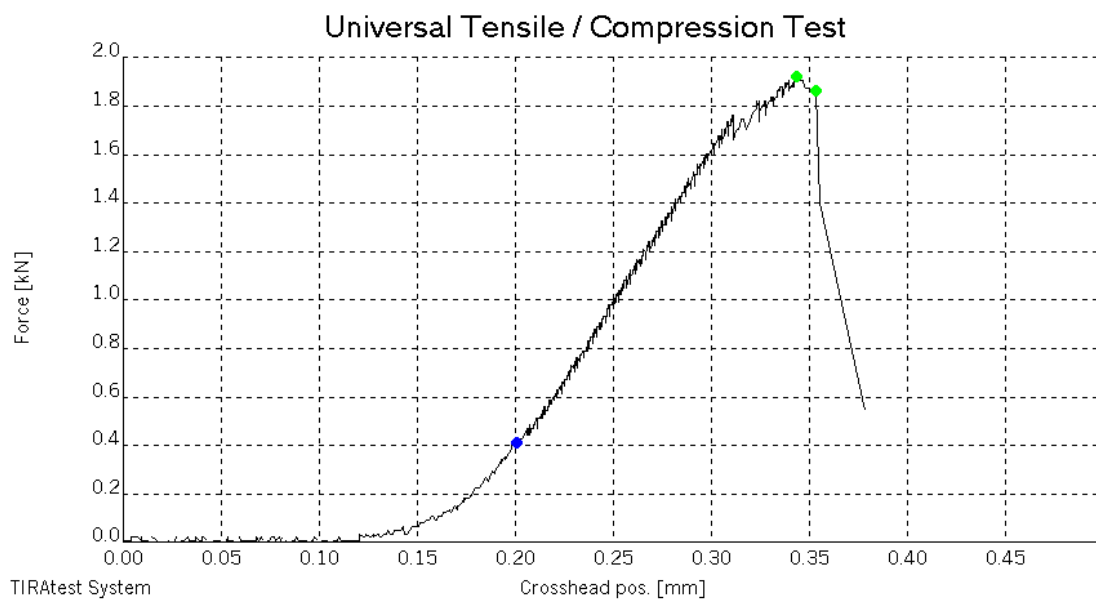


SEM MAG: 1.00 kx Name: 321
DET: SE Detector DATE: 03/30/18 50 um Vega ©Tescan
VAC: HiVac Device: TS5136MM Digital Microscopy Imaging

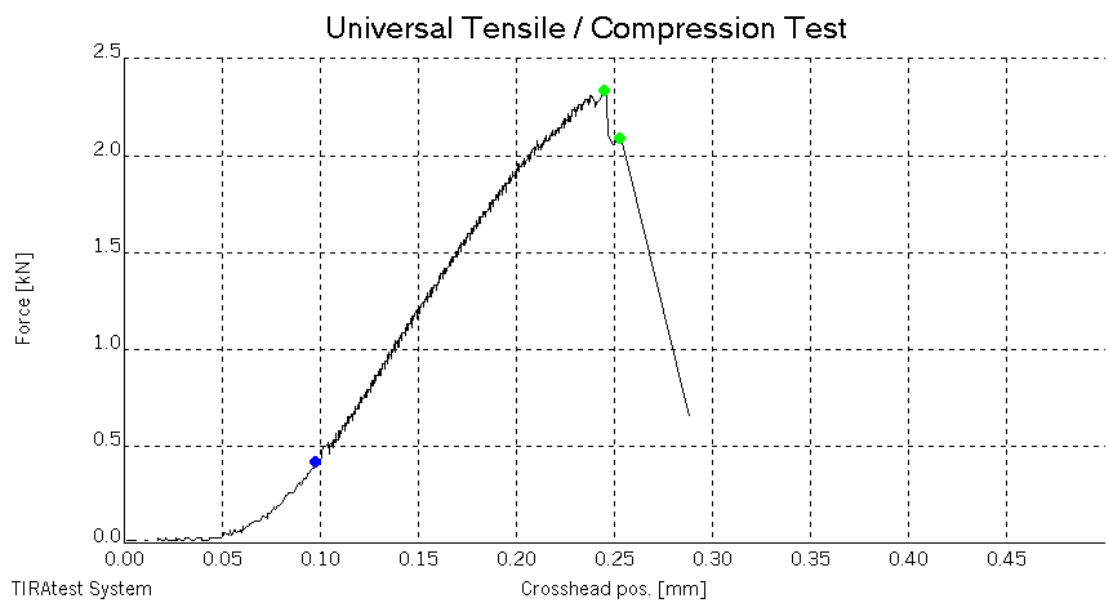
Slika 12. SEM prikaz Equia FORTE Fil® SIC-a
(1000x)



Slika 13. Ovisnost pomaka traverze (mm) i djelovanja sile (kN) kod jednog uzorka Ketac™ Universal Aplicap™ SIC-a



Slika 14. Ovisnost pomaka traverze (mm) i djelovanja sile (kN) kod jednog uzorka Equia Fil® SIC-a



Slika 15. Ovisnost pomaka traverze (mm) i djelovanja sile (kN) kod jednog uzorka Equia FORTE Fil[®] SIC-a

5. RASPRAVA

Smatra se da podatci o tlačnoj čvrstoći i tvrdoći materijala daju informacije o njihovu mehaničkom integritetu. Štoviše, vrijednosti tlačne čvrstoće često se koriste za procjenu izdržljivosti materijala prilikom izloženosti žvačnim silama (13). Dobiveni rezultati pokazali su da nema statistički značajne razlike u tlačnoj čvrstoći ispitivanih materijala, čime je prva nul-hipoteza o nepostojanju razlike u tlačnoj čvrstoći između hibridnih i visokoviskoznih SIC-a potvrđena.

U ovom su ispitivanju korišteni uzorci standardnih dimenzija 6 mm x 4 mm prema ISO 9917-1 standardu. Postoje i drugi standardizirani sustavi kao što je ANSI/ADA specifikacija broj 66 prema kojoj se pripremaju uzorci većih dimenzija. Mallman i suradnici (11) dokazali su da uzorci većih dimenzija pokazuju bolja mehanička svojstva. Međutim, kod uzoraka većih dimenzija postoji veća mogućnost stvaranja nepravilne strukture (11). Upravo su se zbog toga u ovom istraživanju koristili manji uzorci kako bi se osigurala dobra struktura materijala. Na strukturu materijala utječe i način miješanja. Ispitivani materijali dolaze na tržište u kapsuliranom obliku. Takav način pakiranja, osim što olakšava kliničku primjenu, smanjuje mogućnost pogreške prilikom miješanja materijala te se u ovom radu ispitivala tlačna čvrstoća kapsuliranih SIC-a koji se prema proizvođaču primjenjuju za konačne ispune. Vrijeme pohrane uzoraka u ovom je istraživanju bilo pet dana jer SIC-i neposredno nakon miješanja imaju slabija mehanička svojstva sve dok ne maturiraju (14). U ovom su radu dobivene manje vrijednosti čvrstoće u usporedbi s tvrdnjama proizvođača (15, 16). Moguće je objašnjenje za dobivene vrijednosti da su uzorci bili pohranjeni u deioniziranoj vodi i da je došlo do oslobađanja iona u tekućinu i time neizravno do manjih vrijednosti za sve ispitivane materijale (17). Utjecaj vode na SIC-e nastoji se smanjiti primjenom zaštitnih premaza koji bitno utječu na tvrdoću materijala, drugo ispitivano svojstvo u ovom radu. Unatoč preporuci

proizvođača za materijale Equia Fill® i Equia FORTE Fil®, svojstva su ispitivana bez primjene zaštitnog premaza, što je također utjecalo na slabije rezultate u usporedbi s proizvođačem (18). Rezultati su ovoga istraživanja pokazali da Ketac™ Universal Aplicap™ ima veće vrijednosti tvrdoće u odnosu na EQUIA Fil® i EQUIA Forte Fil®, a takvim je rezultatom druga nul-hipoteza o nepostojanju razlike u tvrdoći između hibridnih i viskoviskoznih SIC-a odbačena.

Za mjerenje tvrdoće dentalnih materijala mogu se koristiti metode po Brinellu, Rockwellu, Shoreu, Vickersu i Knoopu (19). Iako je u većini drugih radova korištena metoda po Knoppu, zbog dostupnosti opreme u ovom se radu koristila metoda po Vickersu koja je u primjerima iz literature rezultirala relevantnim rezultatima (20, 21).

Zanimljivo je da su rezultati pokazali da oba materijala bulk fill sustava, EQUIA Fil® i EQUIA FORTE Fil®, imaju slabiju tvrdoću. Iz toga se može zaključiti da je primjena zaštitnog premaza kod navedenih materijala obavezna kako bi se postigla tvrdoća usporediva s ostalima (22). Proizvođač preporučuje nanopunjeni svjetlosno polimerizirajući zaštitni premaz temeljen na smoli. Navodi se da premaz zbog svoje niske viskoznosti popunjava mikropukotine u strukturi SIC-a, a tako poboljšana površina bolje podnosi utjecaj žvačnih sila i zaštićena je od erozija (23). Nadalje, proizvođač tvrdi da ovaj zaštitni premaz smanjuje trošenje SIC-a kada se koriste kod restauracija na stražnjim zubima (23).

Utjecaj svih sila kojima se djeluje na uzorke prilikom određivanja njihovih svojstava izvrsno se prikazuje učinkom na mikrostrukturu. SEM analiza strukture pokazala je kohezivne pukotine u svim ispitivanim uzorcima, sukladno podacima iz literature (24) koji tvrde da SIC-i uvijek pucaju kohezivno, a ne adhezivno. Time je treća nul-hipoteza da nema razlike u strukturi materijala između hibridnih i viskoviskoznih materijala potvrđena. Moguće je da do toga dolazi zbog dehidracije uzoraka koja je neophodno potrebna u pripremi za SEM analizu (8). Unatoč neprekidnom razvoju materijala i poboljšanju njihovih svojstava, nedostaci poput

kohezivnog pucanja još uvijek nisu otklonjeni. To pokazuju i rezultati SEM analize u ovom radu, u kojem su korišteni najnoviji materijali na tržištu. Klinički je to svojstvo važno jer je spoj materijala i zuba stabilan, a u minimalno invazivnom konceptu restauracije važnije je da, ako dođe do loma, puca materijal, a ne zub.

In vitro istraživanja poput ovoga daju dobar uvid u izdržljivost materijala i omogućuju procjenu njihova ponašanja u kliničkim uvjetima, što bi svakako trebalo potvrditi daljnjim istraživanjima.

6. ZAKLJUČCI

1. Pod uvjetima objašnjenim u ovom radu nisu pronađene značajnije razlike u tlačnoj čvrstoći triju ispitivanih materijala: EQUIA FORTE Fil[®], EQUIA Fil[®] i Ketac[™] Univesal Aplicap[™].
2. Tvrdoća materijala Ketac[™] Universal Aplicap[™] viših je vrijednosti od onih dobivenih za materijale EQUIA Fil[®] i EQUIA FORTE Fil[®].
3. SEM analiza uzoraka nije otkrila značajnije razlike u strukturi ispitivanih materijala EQUIA FORTE Fil[®], EQUIA Fil[®] i Ketac[™] Univesal Aplicap[™].

7. ZAHVALE

Zahvaljujemo mentorici dr. sc. Valentini Brzović Rajić na pruženom znanju, pomoći i potpori tijekom izrade ovoga znanstvenog rada.

Zahvaljujemo prof. Zdravku Schauperlu iz Zavoda za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu i prof. Željku Alaru, voditelju Laboratorija za ispitivanje mehaničkih svojstava Zavoda za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, na pomoći pri određivanju mehaničkih svojstava i SEM analizi ispitivanih materijala.

8. LITERATURA

1. Wilson AD, Kent BE. A new translucent cement for dentistry. The glass ionomer cement. *Br Dent J* 1972;132:133–135
2. McLean JW, Nicholson JW, Wilson AD. Proposed nomenclature for glass-ionomer dental cements and related materials. *Quintessence Int.* 1994;25(9):587-9
3. Jukić Krmek S et al. Pretklinička endodoncija. 2017;1.149-54
4. Bonifacio et al. Physical-mechanical properties of glass ionomer cements indicated for atraumatic restorative treatment. *Aust Dent J.* 2009;54(3):233-7
5. Ngo H. Glass-ionomer cements as restorative and preventive materials. *Dent Clin North Am.* 2010 Jul;54(3):551-63
6. de Bruyne MA, De Moor RJ. The use of glass ionomer cements in both conventional and surgical endodontics. *Int Endod J.* 2004 Feb;37(2):91-104
7. Forsten L. Fluoride release and uptake by glass-ionomers and related materials and its clinical effect. *Biomaterials.* 1998;19(6):503-8
8. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2000 Mar;16(2):129-38
9. Swift EJ Jr, Dogan AU. Analysis of glass ionomer cement with use of scanning electron microscopy. *J Prosthet Dent.* 1990 Aug;64(2):167-74

10. Miletić I, Anić I, Bago I, Baraba A. Stakleno-ionomerni cementi. Vjesnik dentalne medicine. 2011;18(4):15-20
11. Mallmann A, Ataíde JC, Amoedo R, Rocha PV, Jacques LB Compressive strength of glass ionomer cements using different specimen dimensions. Braz Oral Res. 2007;21(3):204-8
12. Roche, Kevin J. and Kenneth T. Stanton. "Improving mechanical properties of glass ionomer cements with fluorhydroxyapatite nanoparticles." (2012)
13. Sukumaran V. G, Mensudar R. To Evaluate the Effect of Surface Coating on Three Different Types Glass Ionomer Restorations. Biomed Pharmacol J. 2015;8:445-49
14. Kleverlaan CJ, van Duinen RN, Feilzer AJ. Mechanical properties of glass ionomer cements affected by curing methods. Dent Mater. 2004 Jan;20(1):45-50
15. Ketac™ Universal Aplicap™ Glass Ionomer Restorative Technical Product Profile <http://multimedia.3m.com/mws/media/1090408O/ketac-universal-aplicap-technical-product-profile-pdf.pdf>, (Pristupljeno 24.04.2018.)
16. EQUIA® Forte BULK FILL, FLUORIDE RELEASING GLASS HYBRID RESTORATIVE SYSTEM http://www.gcamerica.com/products/operator/EQUIA_Forte/EQUIA_Forte_Sell_Sheet_US2016-iPad.pdf,(Pristupljeno 24.04.2018.)
17. Gorseta K, Glavina D, Skrinjaric T, Czarnecka B, Nicholson JW. The effect of petroleum jelly, light-cured varnish and different storage media on the flexural strength of glass ionomer dental cements. Acta Biomater Odontol Scand. 2016 Mar 29;2(1):55-9

18. Lohbauer U, Krämer N, Siedschlag G, Schubert EW, Lauerer B, Müller FA, Petschelt A, Ebert J. Strength and wear resistance of a dental glass-ionomer cement with a novel nanofilled resin coating. *Am J Dent*. 2011 Apr;24(2):124-8
19. Baloch F, Mirza A, Baloch D. An in-vitro study to compare the microhardness of glass ionomer cement set conventionally versus set under ultrasonic waves. *International Journal of Health Sciences*. 2010;4(2):149-55
20. Bala O, Arisu HD, Yikilgan I, Arslan S, Gullu A. Evaluation of surface roughness and hardness of different glass ionomer cements. *European Journal of Dentistry*. 2012;6(1):79-86
21. Shintome LK, Nagayassu MP, Di Nicoló R, Myaki SI. Microhardness of glass ionomer cements indicated for the ART technique according to surface protection treatment and storage time. *Brazilian Oral Research*. 2009;23(4),439-45
22. Hankins AD, Hatch RH, Benson JH, Blen BJ, Tantbirojn D, Versluis A. The effect of a nanofilled resin-based coating on water absorption by teeth restored with glass ionomer. *J Am Dent Assoc*. 2014 Apr;145(4):363-70
23. GC America. G-Coat Plus nanofilled, self-adhesive, light-cured protective coating. [www.gcamerica.com/products/operator/G-Coat_Plus/GCoatPlus_Product Brochure.pdf](http://www.gcamerica.com/products/operator/G-Coat_Plus/GCoatPlus_Product_Brochure.pdf). (Pristupljeno 24.04.2018.)
24. Ngo H, Mount GJ, Peters MC. A study of glass-ionomer cement and its interface with enamel and dentin using a low-temperature, high-resolution scanning electron microscopic technique. *Quintessence Int*. 1997 Jan;28(1):63-9

9. SAŽETAK

Ivan Šalinović, Matea Stunja

MEHANIČKA SVOJSTVA HIBRIDNIH I VISOKOVIŠKOZNIH STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA

Cilj ovog istraživanja bio je odrediti mehanička svojstva hibridnih i visokoviskoznih staklenoionomernih cementa. Mjerila se tlačna čvrstoća i tvrdoća u tri staklenoionomerna cementa (SIC): Ketac™ Universal Aplicap™, EQUIA Fil® i EQUIA FORTE Fil® te se provela SEM analiza uzoraka.

Uzorci za mjerenje tlačne čvrstoće pripremani su pomoću silikonskih kalupa i bili su pohranjeni u deioniziranu vodu na vremenski period od pet dana dok su uzorci za mjerenje tvrdoće pripremljeni pomoću teflonskih kalupa i pohranjeni na 25 dana pri temperaturi vode od 37 stupnjeva. Reprezentativni uzorak svakog od materijala podvrgnut je SEM mikroskopiji. Za usporedbu dobivenih vrijednosti korišten je ANOVA-test dok je za višestruku usporedbu korišten Tukeyev test.

Rezultati istraživanja pokazali su da ne postoji značajnija razlika između tlačne čvrstoće triju ispitivanih materijala ($p < 0,05$) dok su dobivene vrijednosti tvrdoće iznosile: Ketac™ Universal Aplicap™ (157 HV_{0,2}), EQUIA Fil® (47) i EQUIA FORTE Fil® (39). SEM analiza uzoraka nije otkrila značajnije razlike u strukturi ispitivanih materijala EQUIA FORTE Fil®, EQUIA Fil® i Ketac™ Univesal Aplicap™.

U uvjetima pod kojim se provelo istraživanje zaključeno je da nema značajne razlike u tlačnoj čvrstoći između ispitivanih materijala dok je tvrdoća Ketac™ Universal Aplicap™ značajno veća u odnosu na EQUIA Fil® i EQUIA FORTE Fil®.

KLJUČNE RIJEČI: staklenoionomerni cementi, tlačna čvrstoća, tvrdoća, SEM

10. SUMMARY

Ivan Šalinović, Matea Stunja

MECHANICAL PROPERTIES OF NANOHYBRID AND HIGH-VISCOSITY GLASS IONOMER CEMENTS

The aim of this study was to determine the mechanical properties of hybrid and high-viscosity glass ionomer cements. The compressive strength and hardness of three glass ionomer cements was compared: Ketac™ Universal Aplicap™, EQUIA Fil®, and EQUIA FORTE Fil®.

The samples for measuring compressive strength were prepared using silicone molds and were stored in deionized water for a period of five days, while the samples for determining hardness were prepared using Teflon molds and were stored for 25 days (both at a 37° Celsius water temperature). A representative sample of each material was subjected to SEM microscopy. For comparison of the obtained values the ANOVA test was used, while Tukey's test was used for multiple comparison.

The results of the research suggest that there is no significant difference between the compressive strength of the three tested materials ($p < 0.05$), while the obtained hardness values were: Ketac™ Universal Aplicap™ (157 HV0.2), EQUIA Fil (47HV0,2), and EQUIA FORTE Fil® (39 HV0,2). SEM analysis revealed no significant differences in the structure of the tested materials EQUIA FORTE Fil®, EQUIA Fil® and Ketac™ Univesal Aplicap™.

It was concluded that there was no significant difference in the compressive strength between the tested materials, whereas Ketac™ Universal Aplicap™ hardness results were significantly higher than the ones measured for EQUIA Fil® and EQUIA FORTE Fil® materials.

KEY WORDS: glass ionomer cements, compressive strength, hardness, SEM