

Sveučilište u Zagrebu  
Stomatološki fakultet u Zagrebu

Laura Plančak i Lucija Ratkovski

ISPITIVANJE MEHANIČKIH SVOJSTAVA EKSPERIMENTALNIH KOMPOZITNIH  
MATERIJALA S BIOAKTIVNIM STAKLOM

Zagreb, 2022.

Ovaj rad izrađen je na Zavodu za endodonciju i restaurativnu stomatologiju Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu pod vodstvom dr. sc. Mateja Para, djelomično u sklopu znanstvenog projekta Hrvatske zaklade za znanost „Biomimetički inteligentni kompozitni materijali“ (šifra projekta IP-2019-04-6183, voditeljica projekta prof. dr. sc. Zrinka Tarle) i predan je na natječaj za dodjelu Rektorove nagrade u akademskoj godini 2021./2022.

Lektor za hrvatski jezik: Jasminka Marinović, profesorica hrvatskog jezika i književnosti

Lektor za engleski jezik: Kristina Tremljan, profesorica njemačkog i engleskog jezika i književnosti

## **KRATICE**

BS – bioaktivna stakla

Bis-GMA – bisfenol-A-glicidil-dimetakrilat

TEGDMA – trietilen-glikol-dimetakrilat

FS – savojna čvrstoća (od engl. *flexural strength*)

FM – savojni modul (od engl. *flexural modulus*)

CHA – Charisma Classic (Kulzer, Hanau, Njemačka)

KONT – kontrolni eksperimentalni materijal

## **Sadržaj rada:**

<b>1. UVOD</b>	1
1.1. Kompozitni materijali	1
1.2. Remineralizirajući kompozitni materijali	1
1.3. Eksperimentalni kompozitni materijali s bioaktivnim staklima	1
<b>2. HIPOTEZE</b>	3
<b>3. MATERIJALI I METODE</b>	4
3.1. Izrada eksperimentalnih kompozitnih materijala	4
3.2. Izrada kompozitnih uzoraka	9
3.3. Savojna čvrstoća i savojni modul	11
3.4. Statistička analiza	12
<b>4. REZULTATI</b>	13
<b>5. RASPRAVA</b>	20
<b>6. ZAKLJUČAK</b>	24
<b>7. ZAHVALE</b>	25
<b>8. POPIS LITERATURE</b>	26
<b>9. SAŽETAK</b>	29
<b>10. SUMMARY</b>	30

## **1. UVOD**

### **1.1 Kompozitni materijali**

U današnje vrijeme, kompozitni materijali široko su rasprostranjeni dentalni restaurativni materijali koji se primjenjuju u svim granama dentalne medicine te je rad bez njih gotovo nezamisliv. Indicirani su kod restauracije defekata uzrokovanih karijesom ili traumom, različitih abnormalnosti tvrdih zubnih tkiva (morfoloških i estetskih), kod cementiranja fiksno-protetskih radova, u ortodontiji, u pedodontiji za minimalno invazivne i preventivne tretmane. Odlikuju se izrazito dobrim svojstvima kao što su biokompatibilnost, odlična estetika, netoksičnost te pokazuju dobra mehanička, termalna i tribološka svojstva (1,2). Usprkos svim povoljnim stranama kompozitnih materijala, marginalno propuštanje i sekundarni karijes predstavljaju glavni uzrok neuspjeha restauracija (3). Obasjavanjem kompozitnog materijala polimerizacijskim uređajem dolazi do smanjenja međumolekulskih udaljenosti unutar materijala što posljedično dovodi do volumetrijskog skupljanja i odvajanja od tvrdih zubnih tkiva. Nastala marginalna pukotina omogućava nakupljanje kariogenih bakterija koje svojim metabolizmom stvaraju kiseli medij te nastaju demineralizacijski procesi tj. sekundarni karijes (4–7).

### **1.2 Remineralizirajući kompozitni materijali**

Nakupljanje biofilma na tvrdim zubnim tkivima, koje dovodi do nastanka sekundarnog karijesa, teoretski se može riješiti na mnoge načine kao što su: modificirana prehrana, korištenje otopine klorheksidina te preparata na bazi kalcija i fluorida (8). Međutim, učinkovitost ovih metoda pokazala se ograničenom zbog ovisnosti o pacijentovoj suradnji. Stoga se istražuju dentalni materijali s dodatkom reaktivnih punila koji bi potaknuli remineralizaciju, neutralizaciju kiselina i posjedovali antibakterijski učinak (9).

Dodatak fluoridnih iona dentalnim materijalima smanjuje topivost cakline i potiče remineralizaciju tvrdih zubnih tkiva formirajući fluoroapatit. S druge strane, materijali s dodatkom kalcijeva fosfata imaju mogućnost kontinuiranog otpuštanja kalcijevih i fosfatnih iona koji sprečavaju demineralizaciju i olakšavaju remineralizaciju. Još učinkovitijim u otpuštanju kalcija i fosfata pokazali su se materijali s amorfnim kalcijevim fosfatom, također pokazujući i efekt neutralizacije kiselina (10).

### **1.3. Eksperimentalni kompozitni materijali s bioaktivnim staklima**

Među raznim reaktivnim punilima, koja se dodaju kompozitnim materijalima kako bi se potaknula remineralizacija, posebnu pozornost privukla su bioaktivna stakla (BS). Ona imaju mogućnost spontanog otpuštanja remineralizirajućih iona, neutralizacije kiselina i precipitacije kalcijeva fosfata na površinu tvrdih zubnih tkiva (2). BS su skupina topivih stakala, koja osim otpuštanja kalcija i fosfata mogu otpuštati i ione kao što su fluoridi, cink, bakar i srebro (11). Konvencionalno BS 45S5, koje se sastoji od 45 %  $\text{SiO}_2$ , 24,5 %  $\text{Na}_2\text{O}$ , 24,5 %  $\text{CaO}$  i 6 %  $\text{P}_2\text{O}_5$ , bioaktivni je materijal koji potiče obnovu tvrdih zubnih tkiva. U vodenom mediju, na površini BS odvija se niz kemijskih reakcija koje rezultiraju formacijom površinskog sloja hidroksiapatita i/ili

karboniranog hidroksiapatita (12). Razna istraživanja pokazuju da je konvencionalno BS 45S5 vrlo topivo zbog visokog udjela natrija, a otpuštanje remineralizirajućih iona je ograničeno na ione kalcija i fosfata (11,13–16).

U nedavnim istraživanjima razvijeno je novo modificirano BS sa smanjenim udjelom natrija i dodatkom fluorida koje pokazuje niz povoljnih svojstava za primjenu u restaurativnim materijalima (2,11,13,16). Modificirano BS pokazuje bolju stabilnost u oralnom mediju u usporedbi s konvencionalnim BS 45S5 te bolju mogućnost remineralizacije tvrdih zubnih tkiva zbog otpuštanja fluorida (11). Neutralizacija kiselina jedno je od svojstava ovih restaurativnih materijala. Osim što smanjuje otapanje tvrdih zubnih tkiva povećavanjem pH na neutralne vrijednosti, utječe i na oralni biofilm smanjivanjem broja kariogenih bakterija te se tako postiže i antibakterijski učinak. Bitno svojstvo materijala s dodatkom BS je i formiranje precipitata unutar marginalnih pukotina čime se one zatvaraju te se prevenira prodiranje bakterija (17). Modificirano BS precipitira sloj rezistentnijeg fluoroapatita za razliku od konvencionalnog BS 45S5 koje stvara sloj manje rezistentnog karboniranog hidroksiapatita (16).

Eksperimentalni kompozitni materijali s BS 45S5 temeljito su ispitani (18–21), međutim, unatoč poželjnim remineralizacijskim svojstvima, pokazali su nedostatna mehanička svojstva. Kao što je slučaj i kod ostalih materijala s dodatkom reaktivnih punila, mehanička svojstva spomenutih kompozitnih materijala smanjivala su se povećanjem udjela BS (22). Stoga je za poboljšanje antikariogenog učinka neizbježno bilo napraviti kompromis u smislu slabijih mehaničkih svojstava. Međutim, ovaj nedostatak se hipotetski može prevladati zamjenom konvencionalnog visoko-reaktivnog i visoko-topljivog BS 45S5 modificiranim BS s niskim udjelom natrija. Stoga je cilj ovog *in vitro* istraživanja usporediti učinak dvaju vrsta BS (konvencionalnog i modificiranog) na mehanička svojstva eksperimentalnih kompozitnih materijala.

## 2. HIPOTEZE

Postavljene su sljedeće radne hipoteze:

- 1) Dodatak BS će negativno utjecati na mehanička svojstva eksperimentalnih kompozitnih materijala;
- 2) Simuliranim starenjem će doći do promjene mehaničkih svojstava kompozitnih materijala ovisno o vrsti i udjelu BS;
- 3) Modificirano BS sa smanjenim udjelom natrija će omogućiti bolja i postojanija mehanička svojstva kompozitnih materijala od konvencionalnog BS 45S5.

### 3. MATERIJALI I METODE

#### 3.1 Izrada eksperimentalnih kompozitnih materijala

U svrhu istraživanja pripremljeno je devet eksperimentalnih kompozitnih materijala od komercijalno dostupnih metakrilatnih smola, punila (70 % težinskog udjela) i fotoinicijatora te različitih udjela BS od 5 do 40 % (konvencionalnog i modificiranog). Kompozitni materijali su podijeljeni u dvije skupine: C-serija (dodatak konvencionalnog BS 45S5) i F-serija (dodatak modificiranog BS). Modificirano BS pripremljeno je u suradnji sa Centrom za dentalnu medicinu Sveučilišta u Zürichu, Švicarska (16). Interna ojačavajuća punila (barijevo staklo i silika) te reaktivno punilo (BS) prikazana su na Slici 1. Sastav punila upotrijebljenih za izradu eksperimentalnih kompozitnih materijala detaljno je opisan u Tablici 1.

Kompozitni materijal sastavljen samo od ojačavajućih punila (0 % težinskog udjela BS) upotrijebljen je kao kontrolna skupina eksperimentalnih materijala. Dodatno, jedan komercijalni kompozitni materijal sličnog sastava smolaste matrice upotrijebljen je kao referentni materijal (Charisma Classic; nijansa A2, Kulzer, Hanau, Njemačka).



Slika 1. Punila eksperimentalnih kompozitnih materijala



**Tablica 1.** Dvije vrste bioaktivnog stakla i ojačavajuća punila korištena u eksperimentalnim kompozitnim materijalima

	Bioaktivno staklo 45S5	Modificirano bioaktivno staklo	Barijevo staklo	Silika
<b>Veličina čestica (medijan)</b>	3 $\mu\text{m}$	3 $\mu\text{m}$	1 $\mu\text{m}$	5–50 nm
<b>Sastav (% težinskog udjela)</b>	45.0% $\text{SiO}_2$ 24.5% $\text{CaO}$ 24.5% $\text{Na}_2\text{O}$ 6.0% $\text{P}_2\text{O}_5$	33.5% $\text{SiO}_2$ 33.0% $\text{CaO}$ 10.5% $\text{Na}_2\text{O}$ 11.0% $\text{P}_2\text{O}_5$ 12.0% $\text{CaF}_2$	55.0% $\text{SiO}_2$ 25.0% $\text{BaO}$ 10.0% $\text{Al}_2\text{O}_3$ 10.0% $\text{B}_2\text{O}_3$	> 99.8% $\text{SiO}_2$
<b>Silanizacija (% težinskog udjela)</b>	/	/	3.2	4–6
<b>Proizvođač</b>	Schott, Mainz, Njemačka	Schott, Mainz, Njemačka	Schott, Mainz, Njemačka	Evonik, Hanau, Njemačka
<b>Naziv proizvoda / LOT</b>	G018-144 / M111473	Eksperimentalna serija	GM27884 / Sil13696	Aerosil R 7200 / 157020635

Sustav smole sastojao se od 60:40 % težinskog udjela mješavine bisfenol-A-glicidil-dimetakrilata (Bis-GMA; Merck, Darmstadt, Njemačka) i trietilen-glikol-dimetakrilata (TEGDMA; Merck), kao što je prikazano na Slikama 2 i 3.



**Slika 2.** Bisfenol-A-glicidil-dimetakrilat



**Slika 3.** Trietilen-glikol-dimetakrilat

Kao sustav fotoinicijatora upotrijebljen je kamforkinon (0,2 % težinskog udjela; Alfa Aesar, Haverhill, MA, SAD) i etil-4-(dimetilamino) benzoat (0,8 % težinskog udjela; Alfa Aesar), što je prikazano na Slici 4.



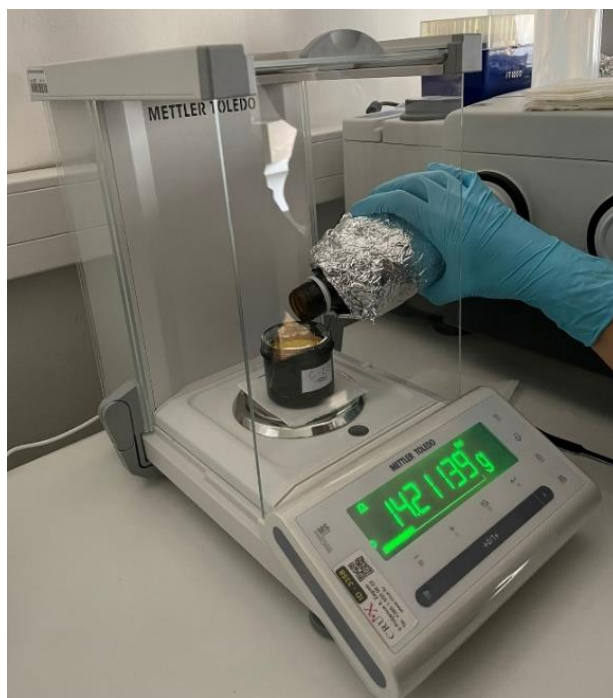
**Slika 4.** Etil-4-(dimetilamino) benzoat i kamforkinon

Smolasta komponenta pomiješana je sa sustavom fotoinicijatora u tamnoj boci pomoću magnetske miješalice tijekom 48 sati. Devet eksperimentalnih kompozitnih materijala pripremljeno je prema težinskim udjelima navedenim u Tablici 2.

**Tablica 2.** Sastav eksperimentalnih kompozitnih materijala

Oznaka materijala	Sastav punila (% težinskog udjela)			Ukupni omjer punila (% težinskog udjela)
	Bioaktivno staklo 4SS5	Modificirano bioaktivno staklo	Ojačavajuća punilo (barijevo staklo : silika = 2:1)	
C-serija	Kontrola	0	0	70
	C-5	5	0	70
	C-10	10	0	70
	C-20	20	0	70
	C-40	40	0	70
F-serija	F-5	0	5	70
	F-10	0	10	70
	F-20	0	20	70
	F-40	0	40	70

Prije miješanja sustava smole i fotoinicijatora s punilom, svaki sastojak punila izvagan je pomoću precizne vage (MS NewClassic; Mettler Toledo, Columbus, OH, SAD) kao što je prikazano na Slici 5.

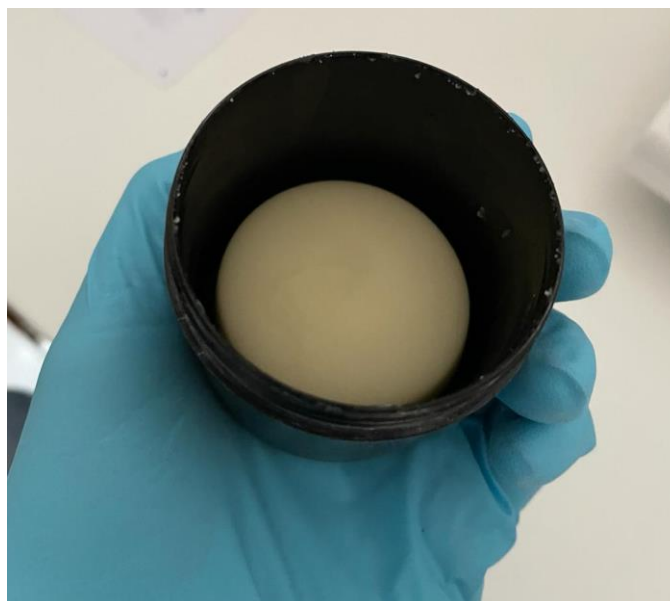


**Slika 5.** Vaganje mješavine smole i fotoinicijatora pomoću precizne vage

Pripremljeni sastojci miješani su u dvostruko asimetričnoj centrifugalnoj miješalici (Speed Mixer TM DAC 150 FVZ, Hauschild & Co. KG, Hamm, Njemačka) kroz 5 minuta (Slika 6). Nakon miješanja kompozitni materijali bili su spremni za izradu uzoraka (Slika 7).



**Slika 6.** Dvostruko asimetrična centrifugalna miješalica



**Slika 7.** Zamiješani eksperimentalni kompozitni materijal

### 3.2. Izrada kompozitnih uzoraka

Uzorci za testiranje mehaničkih svojstava pripremljeni su u skladu sa standardom ISO/DIN 4049:1998. Podijeljeni su u tri glavne skupine s obzirom na simulirano starenje u destiliranoj vodi na 37°C (1 dan, 30 dana, 30 dana + termocikliranje). U svakoj od tih skupina korišteno je devet eksperimentalnih materija i prethodno spomenuti komercijalni materijal te je izrađeno po dvadeset uzoraka po materijalu (10 materijala × 20 uzoraka). Svi uzorci izrađeni su jednakih dimenzija (2 × 2 × 16 mm) pomoću plastičnih kalupa. Nakon što su nepolimerizirani kompozitni materijali uneseni u kalupe (Slika 8), prekriveni su s prozirnim folijama od polietilen tereftalata te pritisnuti staklenom pločicom. Zatim je svaki uzorak osvjetljen 20 sekundi polimerizacijskim uređajem Bluephase Style (Ivoclar Vivadent, Schaan, Lihtenštajn) prosječnog intenziteta od 1050 mW/cm<sup>2</sup>, što je izmjereno pomoću spektrofotometra za vidljivu svjetlost (MARC; BlueLight Analytics Inc., Halifax, Kanada). Uzorak je osvjetljen prvo u sredini, a zatim na oba kraja zasebno, uz oprez da se uzastopna osvjetljavanja ne preklapaju za više od 1 mm. Polimerizirani uzorci su izvađeni iz kalupa te su na isti način osvjetljeni sa suprotne strane. Po završetku osvjetljavanja, površine svakog uzorka polirane su ultra-finim brusnim papirom (hrapavost P2000) te stavljene u epruvete s čepom (Eppendorf, Hamburg, Njemačka) napunjene s 5 ml destilirane vode u laboratorijski inkubator na 37 °C. Kako bi se ispitao učinak simuliranog starenja na degradaciju mehaničkih svojstava materijala, tri skupine uzoraka (n = 200 u svakoj skupini) pripremljene su za testiranje nakon izvedenih protokola starenja: 1) 1 dan u destiliranoj vodi na 37°C, 2) 30 dana u destiliranoj vodi na 37°C te 3) 30 dana u destiliranoj vodi na 37°C + 10.000 ciklusa između 5 - 55°C u termocikleru (Thermocycler THE 1200; SD Mechatronik, Feldkirchen-Westerham, Njemačka) (Slika 9).

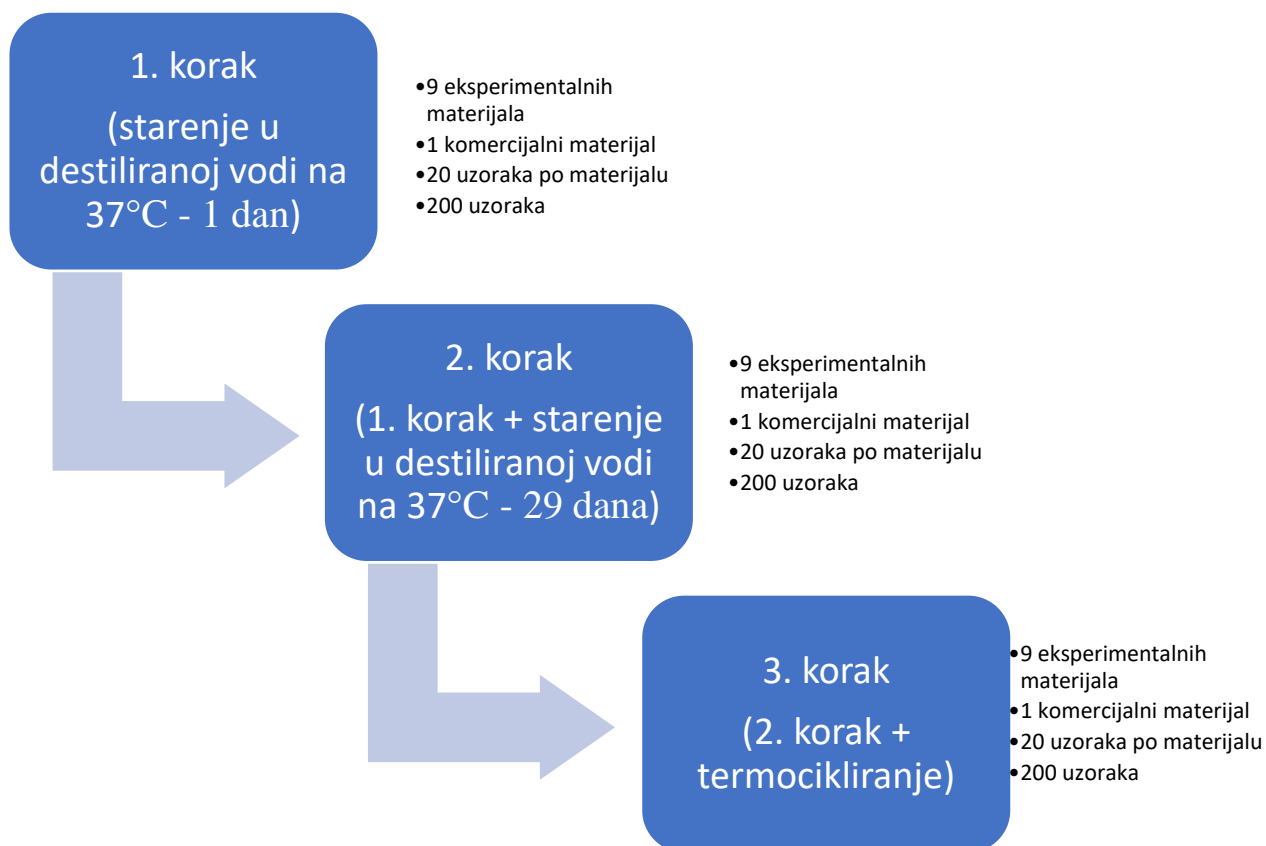
Protokoli za simulirano starenje kompozitnih materijala sažeto su prikazani na Slici 10.



Slika 8. Izrada kompozitnih uzoraka



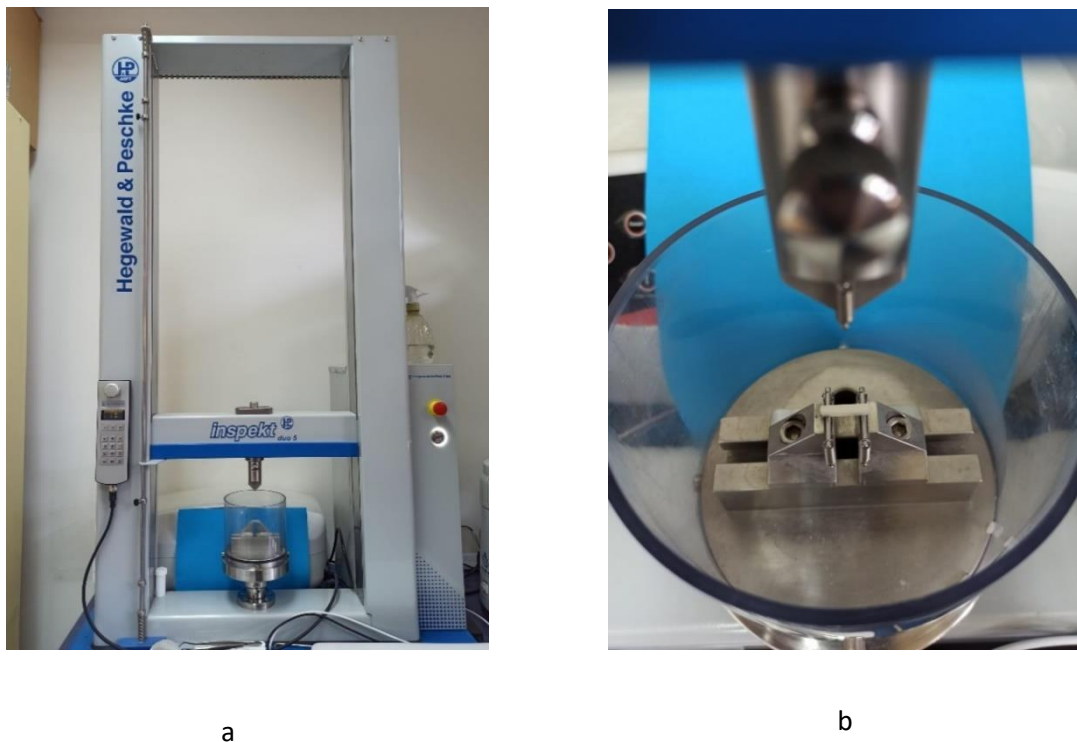
Slika 9. Termocikliranje kompozitnih uzoraka između 5 i 55 °C



Slika 10. Slijed procesa simuliranog starenja materijala

### 3.3. Savojna čvrstoća i savojni modul

Uzorci materijala opterećeni su do točke pucanja pomoću univerzalnog uređaja za testiranje mehaničkih svojstava (Inspekt Duo 5kN-M; Hegewald & Peschke, Nossen, Njemačka), s udaljenošću između potpora od 12 mm te brzinom glave od 1 mm/min (Slika 11).



**Slika 11.** Univerzalni uređaj za testiranje mehaničkih svojstava (a) i uvećani detalj koji prikazuje odjeljak za uzorak te glavu za testiranje sa senzorom opterećenja (b)

Tijekom opterećivanja uzorci su bili potopljeni u destiliranu vodu na sobnoj temperaturi. Savojna čvrstoća (FS, od engl. *flexural strength*) i savojni modul (FM, od engl. *flexural modulus*) izračunati su prema sljedećim formulama (23):

$$FS = \frac{3F_f l}{2bh^2} \quad FM = \frac{F_l l^3}{4bh^3 y_l}$$

gdje je

$F_f$  = sila pucanja (N),  $l$  = udaljenost između potpora (mm),  $b$  = širina uzorka (mm),  $h$  = visina uzorka (mm),  $F_l$  = sila na kraju linearnog dijela dijagrama sila/otklon (N),  $y_l$  = otklon na kraju linearnog dijela dijagrama sila/otklon (mm).

### 3.4 Statistička analiza

Pretpostavka normalne distribucije ispitana je pomoću Shapiro-Wilkovog testa i inspekcijom normalnih Q-Q dijagrama. Vrijednosti savojne čvrstoće i modula uspoređene su dvosmjernom analizom varijance (ANOVA) s čimbenicima „materijal“ i „režim starenja“. S obzirom da su u rezultatima dvosmjerne ANOVA-e opažene statistički značajne interakcije spomenutih čimbenika, učinak svakog čimbenika zasebno ispitan je pomoću jednosmjerne ANOVA-e. U svim analizama razina značajnosti postavljena je na 0,05. Za svaki statistički značajan rezultat *omnibus* testa, usporedbe između različitih materijala i režima starenja provedene su pomoću Tukeyeve korekcije za višestruke usporedbe. Statistička analiza provedena je pomoću softverskog paketa SPSS (verzija 25; IBM, Armonk, NY, SAD).



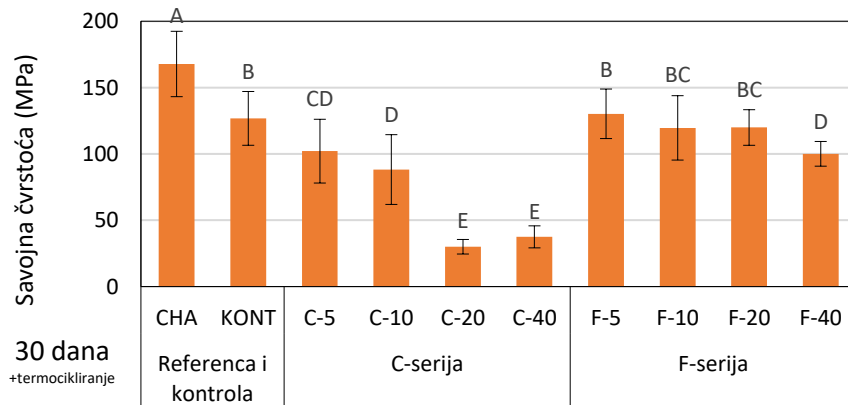
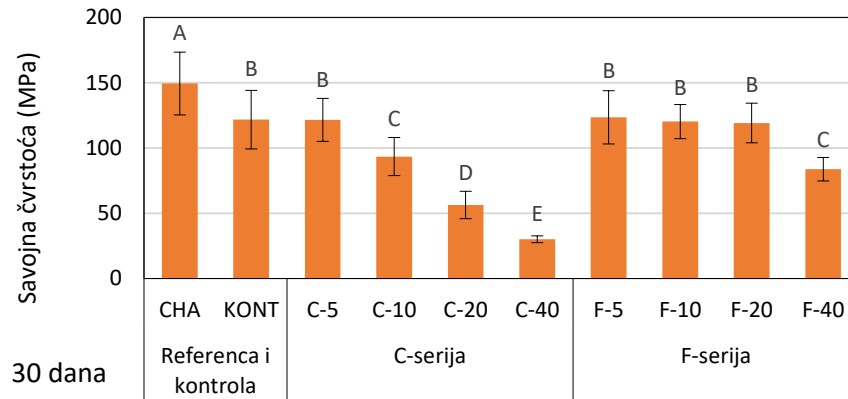
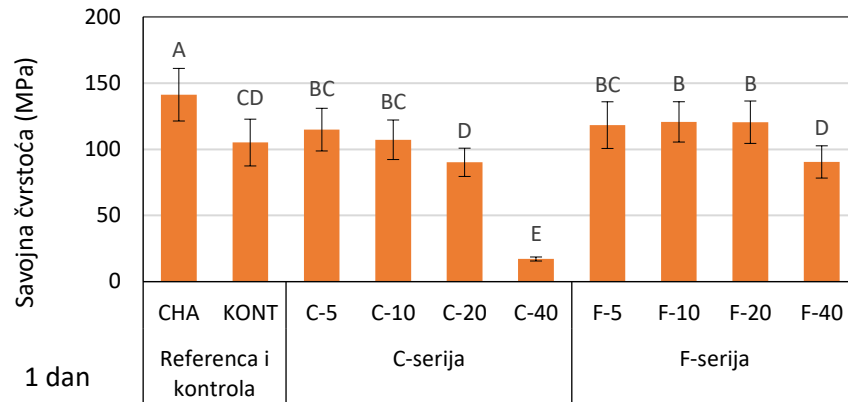
#### 4. REZULTATI

Usporedba vrijednosti savojne čvrstoće među kompozitnim materijalima prikazana je na Slici 12. Nakon jednog dana, statistički značajno smanjenje savojne čvrstoće u C-seriji s obzirom na kontrolni materijal opaženo je kod materijala s 40 % BS ( $p < 0,001$ ), dok je nakon 30 dana smanjenje savojne čvrstoće u C-seriji bilo značajno za materijale s 10 % i više BS ( $p < 0,001$ ). Nakon dodatnog termocikliranja, statistički značajno smanjenje savojne čvrstoće opaženo je za sve materijale u C-seriji ( $p = 0,002$ ).

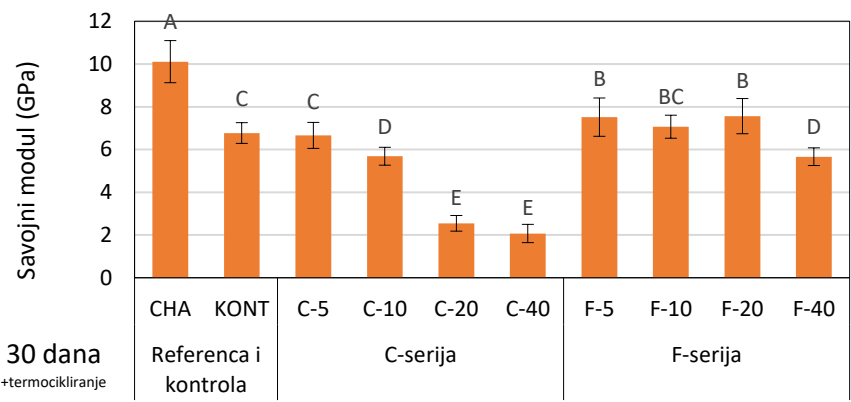
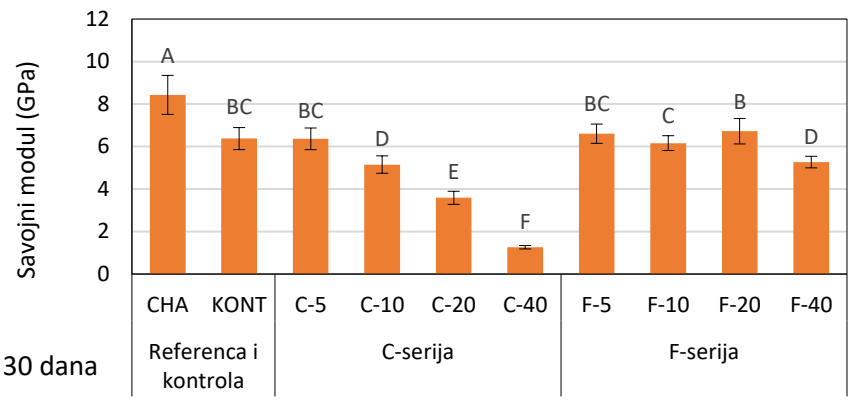
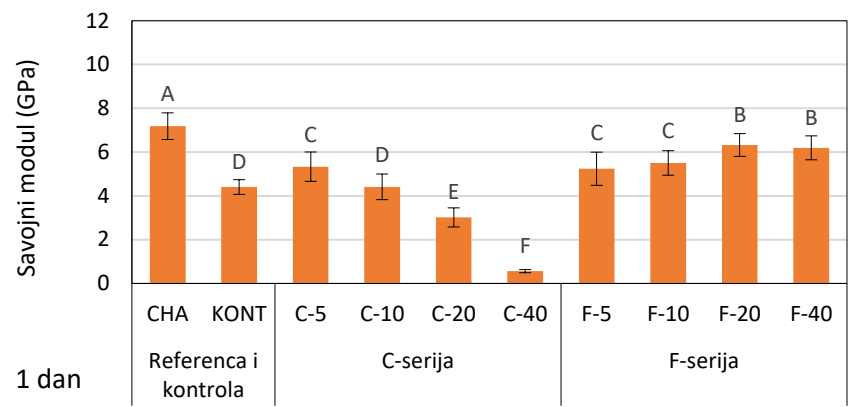
U F-seriji, nakon jednog dana starenja, opažen je statistički značajan porast vrijednosti savojne čvrstoće kod materijala s 10 i 20 % BS u usporedbi s kontrolnim materijalom ( $p = 0,039-0,045$ ), dok su materijali s 5 i 40 % BS pokazali statistički slične vrijednosti kao kontrolni materijal. Preostala dva režima simuliranog starenja u F-seriji pokazala su sličan obrazac ponašanja materijala: vrijednosti savojne čvrstoće bile su statistički slične kontrolnom materijalu za udjele BS od 5 – 20 %, a značajno smanjenje savojne čvrstoće opaženo je samo kod materijala s 40 % BS ( $p = 0,001$ ).

Usporedba vrijednosti savojnog modula elastičnosti među kompozitnim materijalima prikazana je na Slici 13. Nakon jednog dana starenja opažen je značajan pad vrijednost savojnog modula u C-seriji kod materijala s 20 % i više BS u usporedbi s kontrolnim materijalom ( $p < 0,001$ ). Nakon 30 dana starenja značajno smanjenje vrijednosti savojnog modula u C-seriji opaženo je kod materijala s 10% i više BS ( $p < 0,001$ ), što je također vidljivo i nakon termocikliranja.

Vrijednost modula elastičnosti u F-seriji ne pokazuju trend pada s porastom udjela BS, već su vrijednosti konstantnije što je vidljivo u sva tri režima starenja. Statistički značajno smanjenje modula elastičnosti u F-seriji opaženo je samo za materijal s 40 % BS nakon 30 dana u destiliranoj vodi i nakon termocikliranja ( $p = 0,004$ ).



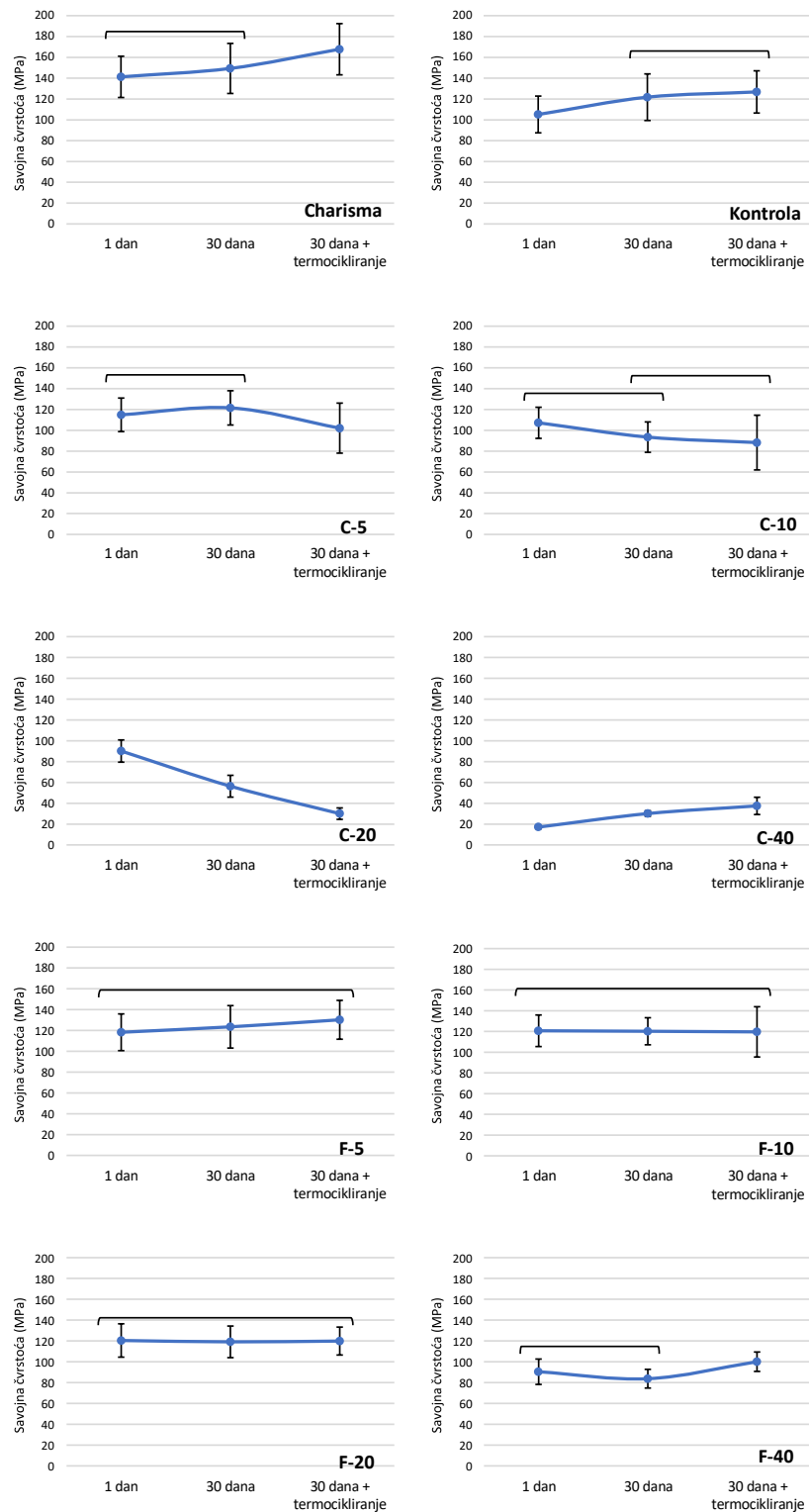
**Slika 12.** Usporedba savojne čvrstoće među materijalima u sva tri režima starenja (srednje vrijednosti  $\pm$  1 standardna devijacija). Ista slova označavaju statistički slične vrijednosti. CHA = Charisma Classic, KONT = Kontrolni materijal.



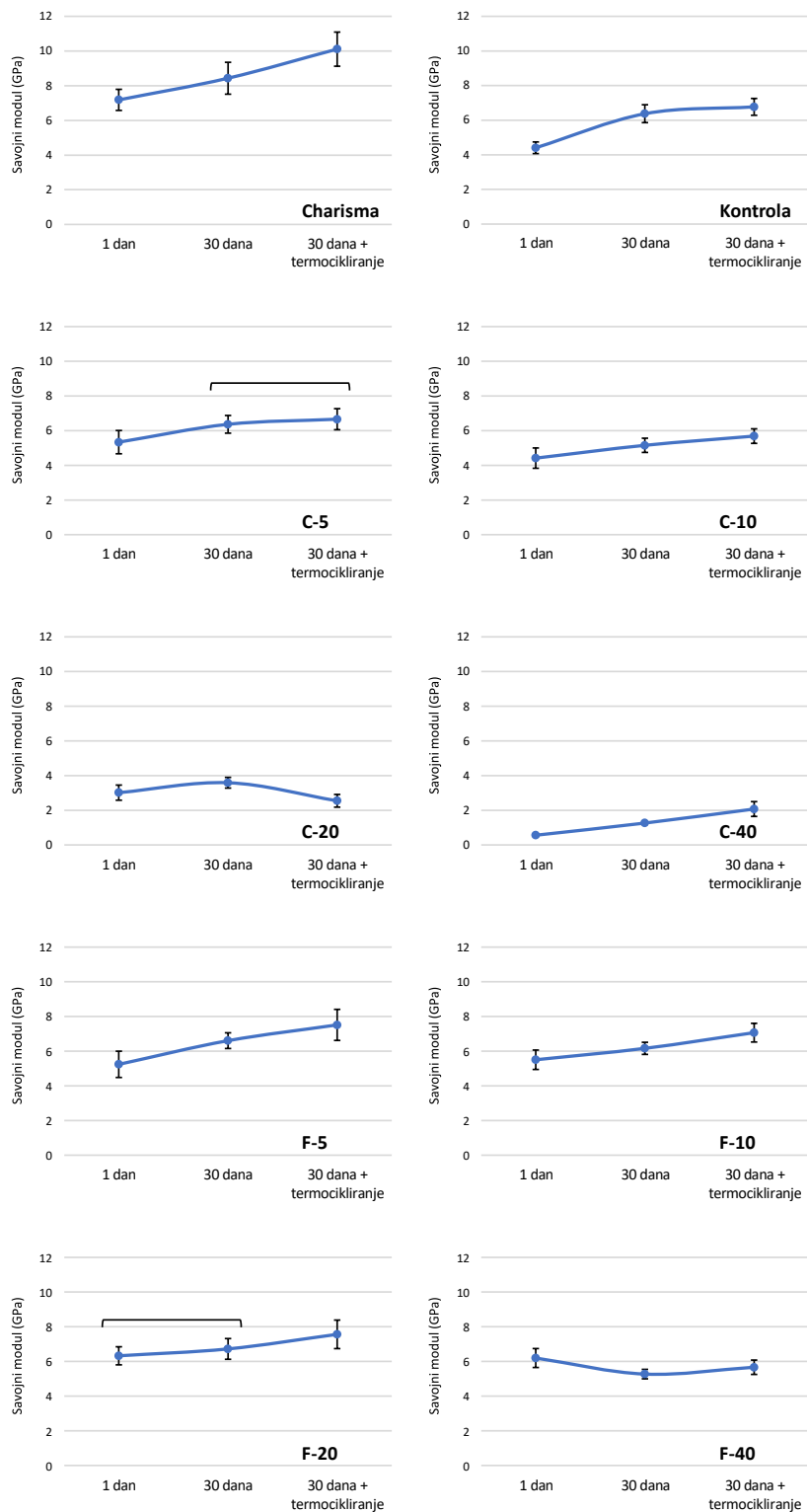
**Slika 13.** Usporedba savojnog modula elastičnosti među materijalima u sva tri režima starenja. (srednje vrijednosti ± 1 standardna devijacija). Ista slova označavaju statistički slične vrijednosti. CHA = Charisma Classic, KONT = Kontrolni materijal.

Promjene vrijednosti savojne čvrstoće tijekom simuliranog starenja za svaki pojedini materijal prikazane su na Slici 14. Kod pojedinih materijala (Kontrola i Charisma Classic) vidljiv je statistički značajan porast u vrijednostima savojne čvrstoće tijekom starenja ( $p = 0,002-0,003$ ), dok materijali C-5, C-10, C-20 pokazuju značajan pad ( $p = 0,001-0,008$ ) ili statistički slične vrijednosti (F-5, F-10, F-20). Kod materijala s najvišim udjelom BS iz obje serije (C-40 i F-40) opažen je statistički značajan porast savojne čvrstoće sa starenjem ( $p < 0,001$ ).

Promjene vrijednosti savojnog modula elastičnosti tijekom simuliranog starenja prikazane su na Slici 15. Većina materijala (Kontrola, Charisma Classic, C-5, C-10, C-40, F-5, F-10, F-20) pokazuje statistički značajan porast vrijednosti savojnog modula ( $p < 0,001$ ), dok je samo kod materijala C-20 i F-40 vidljiv statistički značajan pad ( $p = 0,002-0,013$ ).

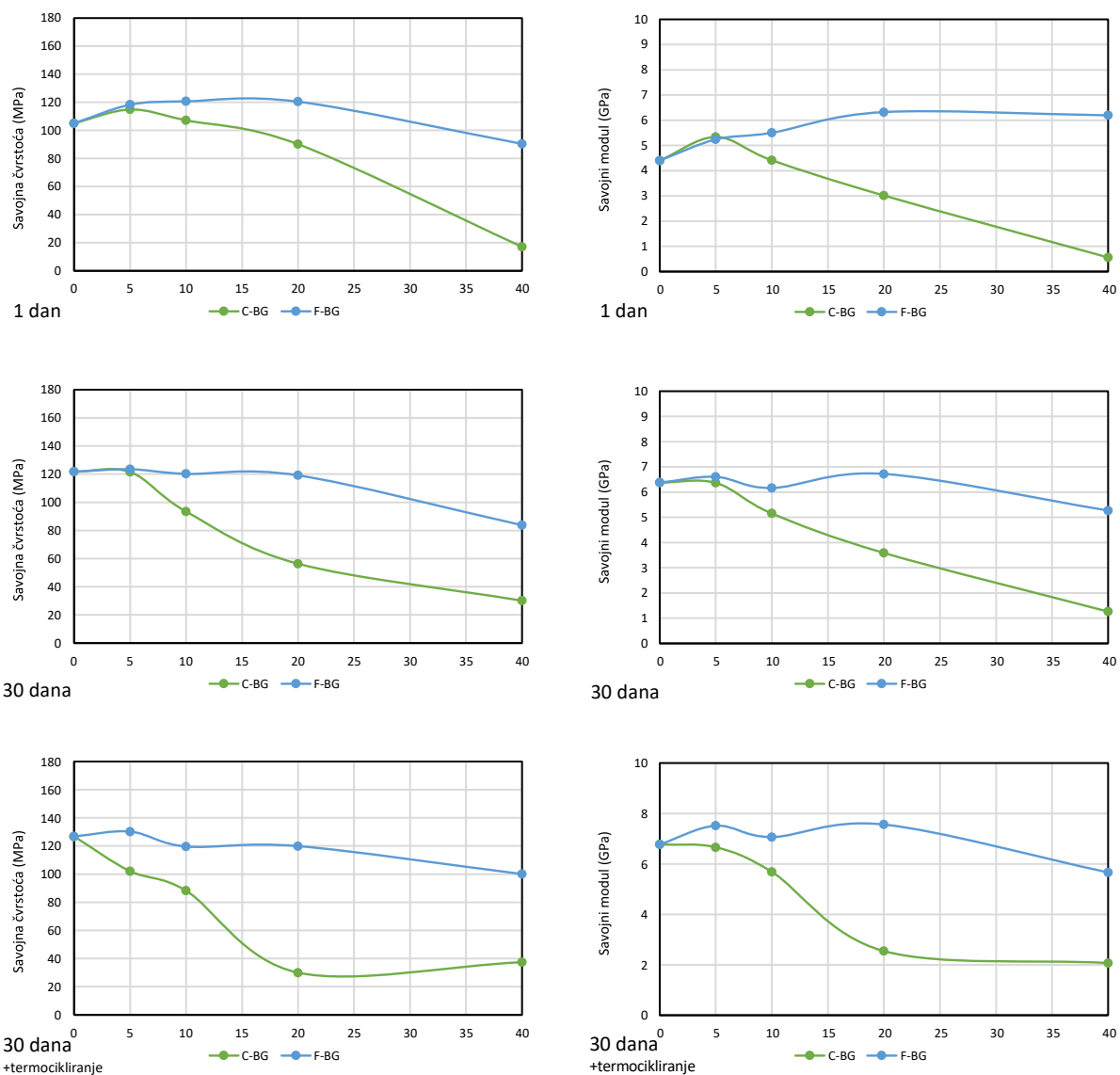


**Slika 14.** Promjena savojne čvrstoće tijekom simuliranog starenja za pojedini materijal (srednje vrijednosti  $\pm 1$  standardna devijacija). Vrijednosti obuhvaćene uglatim zagradama su statistički slične.



**Slika 15.** Promjena savojnog modula elastičnosti tijekom simuliranog starenja za pojedini materijal (srednje vrijednosti  $\pm 1$  standardna devijacija). Vrijednosti obuhvaćene uglatim zagradama su statistički slične.

Ovisnost vrijednosti savojne čvrstoće i savojnog modula elastičnosti o udjelu konvencionalnog i modificiranog BS prikazana je na Slici 16. Kompozitni materijali s modificiranim BS postigli su više vrijednosti savojne čvrstoće i savojnog modula za zadane koncentracije stakla u usporedbi s konvencionalnim BS. Modificirano i konvencionalno BS pokazala su trend pada vrijednosti savojne čvrstoće i savojnog modula povećanjem udjela punila, ali pad je bio izraženiji kod konvencionalnog BS. Takvi obrasci ponašanja vidljivi su u sva tri režima simuliranog starenja.



**Slika 16.** Savojna čvrstoća i savojni modul elastičnosti u ovisnosti o udjelu bioaktivnog stakla. Vrijednosti na x-osi: težinski udio bioaktivnog stakla.

## 5. RASPRAVA

Poznato je da se dodatkom BS u eksperimentalne kompozitne materijale oslabljuju njihova mehanička svojstva, a poboljšava se mogućnost otpuštanja iona (2,11,13,16,22,24). Kako bi se ispitalo može li se zamjenom konvencionalnog BS 45S5 modificiranim BS s niskim udjelom natrija umanjiti negativan učinak dodatka BS na mehanička svojstva remineralizirajućih kompozitnih materijala, u ovom istraživanju ispitani su savojna čvrstoća i savojni modul elastičnosti eksperimentalnih kompozitnih materijala s različitim težinskim udjelima dvaju vrsta BS (0–40 %) nakon različitih režima starenja (1 dan, 30 dana, 30 dana + termocikliranje).

Termocikliranje ubrzava degradaciju materijala periodičkim izmjenama toplinske ekspanzije i kontrakcije. Na taj se način postižu klinički relevantnija mjerenja mehaničkih svojstava (25). Naime, većina suvremenih kompozitnih materijala pokazuje izrazito visoke početne vrijednosti, koje se sa starenjem znatno smanjuju i stoga svojstva izmjerena nakon umjetnog starenja bolje odražavaju stvarno ponašanje materijala tijekom višegodišnjeg izlaganja slini, bakterijama, mehaničkom opterećenju i promjenama temperature (26).

Mehanička svojstva ispitivana u ovom istraživanju bila su savojna čvrstoća i savojni modul elastičnosti. Savojna čvrstoća mehaničko je svojstvo materijala da pruža otpor djelovanju sile, dok je savojni modul fizikalna veličina koja opisuje koliko se elastična tijela skraćuju ili produljuju pod djelovanjem sile ovisno o materijalu od kojega su načinjena. Mehanička testiranja provedena su u skladu sa standardom ISO/DIN 4049:1998 koji propisuje izradu uzoraka duljine 16 mm, za razliku od ažurirane verzije standarda ISO 4049:2019 prema kojoj je duljina uzoraka 25 mm. Međutim, duljina uzoraka od 25 mm kritizirana je u recentnoj literaturi s obzirom na manju kliničku relevantnost (27). Stoga je za ovo istraživanje izabrana duljina uzoraka od 16 mm kao realističniji raspon koji odgovara dimenzijama restauracije u području najvećeg opterećenja gdje je najpodložnija frakturi, tj. na marginalnom grebenu.

Prema ISO 4049 standardu, minimalna zadovoljavajuća vrijednost savojne čvrstoće kompozitnih materijala za trajne restauracije, koji se mogu primjenjivati u kliničkoj praksi, iznosi 80 MPa nakon starenja u vodi u trajanju od jednog dana (28).

Rezultati na Slici 12 pokazali su da povećanjem udjela BS dolazi do smanjenja vrijednosti savojne čvrstoće unutar C-serije u sva tri režima starenja. Do toga vjerojatno dolazi jer povećanjem udjela BS raste i udio nesilaniziranih čestica punila koje oslabljuju mehanička svojstva materijala. Nesilanizirane čestice su hidrofilne i dovode do veće apsorpcije vode unutar materijala te time i ubrzane degradacije smolaste matrice, ali i otapanja samih čestica punila (29). Uz to, nesilanizirane čestice na svojoj površini nemaju reaktivne skupine putem kojih bi se mogle povezivati s polimernom mrežom i ostvariti funkciju ojačavanja. Stoga se s mehaničkog stajališta punila od BS ponašaju kao defekti koji narušavaju strukturu materijala, za razliku od silaniziranih čestica barijevog stakla i silike koje se posredstvom svoje silanizirane površine povezuju s polimernom matricom i učinkovito je učvršćuju. Osim izostanka funkcije ojačavanja, punila od BS dodatno oslabljuju strukturu materijala postupnim otapanjem, uslijed čega na mjestima koja su prethodno zauzimala čestice BS zaostaju makroskopske pore ispunjene vodom. Otapanje čestica BS i ispiranje spojeva od kojih su sastavljene predstavlja glavni mehanizam slabljenja mehaničkih svojstava kod ispitivanih eksperimentalnih kompozita (30). Međutim, isti mehanizam ključan je za



sve poželjne učinke kompozitnih materijala s BS, poput otpuštanja iona, alkalizacije otopine, remineralizacije tvrdih zubnih tkiva i površinske precipitacije hidroksiapatita (11). Na topljivost BS može se utjecati modifikacijama njihovog sastava kako bi se bolje uravnotežila njihova poželjna svojstva vezana uz otpuštanje iona, a da se pritom prekomjerno ne kompromitiraju mehanička svojstva (31). Takva modifikacija sastava učinjena je kod modificiranog BS u F-seriji; smanjenjem udjela natrija povećana je stabilnost BS. Naime, prema standardnom modelu otapanja BS, prva u nizu reakcija koja određuje brzinu reakcije je otpuštanje natrijevih iona, tj. njihova zamjena vodikovim ionima iz otopine (32). Smanjenjem udjela natrija uz održavanje stupnja umreženosti stakla na razini konvencionalnog BS 45S5 (16), usporeno je otapanje i smanjeno nastajanje poroznosti unutar materijala, što je doprinijelo boljim mehaničkim svojstvima izmjerenim u F-seriji. F-serija također pokazuje oslabljivanje savojne čvrstoće s povećanjem udjela BS, no to smanjenje je manje izraženo nego kod C-serije.

Na Slici 13 vidljiv je utjecaj različitih udjela BS na vrijednosti savojnog modula. Unutar C-serije vidljivo je statistički značajno smanjenje vrijednosti savojnog modula među svim materijalima (C-5, C-10, C-20, C-40) s povećanjem udjela BS. Takvo ponašanje materijala može se pripisati degradaciji koja postaje izraženija s porastom udjela BS, odnosno većom količinom reaktivnih nesilaniziranih čestica. Za razliku od C-serije, F-serija nije pokazala opadanje vrijednosti savojnog modula s povećanjem udjela BS, već približno slične vrijednosti, a u nekim slučajevima i porast. Takvo poboljšanje savojnog modula elastičnosti pripisuje se naknadnoj polimerizaciji. Najveći dio polimerizacije materijala odvija se u prvih nekoliko minuta nakon osvjetljavanja, međutim dio polimerizacije nastavlja se i nakon osvjetljavanja (33). Taj proces naziva se naknadna polimerizacija, a ovisi o stupnju konverzije, sastavu smole, temperaturi i prisutnosti slobodnih radikala. Naknadna polimerizacija može trajati i do mjesec dana nakon osvjetljavanja (33), a može se pospješiti zagrijavanjem materijala (34). Naime, zagrijavanjem materijala poboljšava se mobilnost smolaste matrice i nastavak reakcije polimerizacije zaostatnih monomera. Stoga je u ovom istraživanju zagrijavanje do 55 °C tijekom termocikliranja vjerojatno potaknulo opsežniju naknadnu polimerizaciju, što se odrazilo kao porast savojnog modula u F-seriji. S druge strane, u C-seriji takav porast savojnog modula nije opažen, s obzirom da je konvencionalno BS 45S5 u toj seriji onemogućilo značajniju naknadnu polimerizaciju. Prethodna istraživanja pokazala su da BS 45S5 može posredstvom oksida inhibirati polimerizaciju posredovanu slobodnim radikalima (35–37). Fenomen inhibicije polimerizacije nije opažen kod modificiranog BS sa sniženim udjelom natrija (14,15), što podržava objašnjenje porasta savojnog modula koji je posredovan naknadnom polimerizacijom u F-seriji i njezin izostanak u C-seriji.

Uspoređujući C-seriju i F-seriju s konvencionalnim kompozitnim materijalom (Charisma Classic) vidljive su niže vrijednosti savojne čvrstoće i savojnog modula eksperimentalnih materijala što potvrđuje da dodatak BS smanjuje mehanička svojstva. Konvencionalni kompozitni materijal (Charisma Classic) sadrži inertne čestice punila obložene hidrofobnim silanom koji ih štiti od hidrolize i stoga su mehanička svojstva ovog materijala bolja. Dodatni čimbenik koji objašnjava bolja mehanička svojstva komercijalnog kompozitnog materijala Charisma Classic je njegov veći težinski udio punila od 72 % (38) u usporedbi s težinskim udjelom punila eksperimentalnih kompozitnih materijala od 70 %. S obzirom da je dodatak BS statistički značajno oslabio mehanička svojstva eksperimentalnih kompozitnih materijala u usporedbi s referentnim komercijalnim materijalom (Charisma

Classic) i kontrolnim eksperimentalnim materijalom, prva hipoteza je prihvaćena. Međutim, potrebno je naglasiti kako je negativan učinak dodatka BS na mehanička svojstva izrazito ovisio o vrsti BS, tj. modificirano BS s niskim udjelom natrija je značajno manje oslabilo savojnu čvrstoću i modul elastičnosti kompozitnih materijala u usporedbi s konvencionalnim BS 45S5.

Mjerenjem mehaničkih svojstava nakon simuliranog starenja primijećena su različita ponašanja među kompozitnim materijalima (Slike 14 i 15). Komercijalni kompozitni materijal Charisma Classic pokazao je porast vrijednosti savojne čvrstoće nakon termocikliranja. Taj porast pripisuje se prethodno opisanom nastavku polimerizacije zbog prisutnosti slobodnih radikala. Kontrolna skupina eksperimentalnih kompozitnih materijala (0 % težinskog udjela BS) pokazala je slično ponašanje kao i Charisma Classic, no statistički značajan porast vrijednosti savojne čvrstoće vidljiv je od 1. do 30. dana starenja. Komercijalni kompozitni materijal i kontrolna skupina inertni su materijali, koji su zbog izostanka BS stabilniji u vodenom mediju i stoga njihova mehanička svojstva rastu pod utjecajem naknadne polimerizacijske reakcije koja traje sve dok ima prisutnih slobodnih radikala (33). Materijali C-5, C-10 i C-20 pokazali su, očekivano, statistički značajno smanjenje vrijednosti savojne čvrstoće tijekom simuliranog starenja. Do smanjenja vrijednosti savojne čvrstoće dolazi zbog degradacije materijala, odnosno topivosti njihovih reaktivnih punila tijekom starenja, koje nadmašuje učinke naknadne polimerizacijske reakcije (39). Degradacija kompozitnih materijala pojavljuje se u smolastoj matrici, unutar čestica punila i na njihovoj spojnoj površini (40). C-40 materijal zbog svojeg izrazito niskog modula elastičnosti pokazao je specifično ponašanje u vidu statistički značajnog porasta vrijednosti savojne čvrstoće tijekom starenja koje je opaženo u jednom od prethodnih istraživanja (22). Međutim, taj porast nije praktično značajan jer materijal zbog niskih vrijednosti savojne čvrstoće (oko 40 MPa) nije upotrebljiv kao materijal za trajne restauracije.

Materijali iz F-serije s udjelima BS do 20 % nisu pokazali statistički značajno slabljenje savojne čvrstoće tijekom simuliranog starenja. Njihove vrijednosti su statistički slične, što se pripisuje ravnoteži između degradacije materijala i naknadne polimerizacijske reakcije tj. procesima unutar materijala (39). Ovakav nalaz pokazuje kako je moguće u kompozitne materijale inkorporirati razmjerno visoke težinske udjele modificiranog BS (do 20 %) bez negativnih posljedica po savojnu čvrstoću. S obzirom da su eksperimentalni kompozitni materijali s 20 % modificiranog BS pokazali izrazito dobra remineralizacijska svojstva (2,11,13), rezultati ovog istraživanja su povoljni za daljnji razvoj i usavršavanje njihova sastava jer pokazuju kako je moguće u određenim formulacijama materijala postići optimalnu remineralizaciju bez prekomjernog oslabljivanja mehaničkih svojstava.

Vrijednosti savojnog modula tijekom starenja pokazale su porast vrijednosti kod materijala Charisma Classic, Kontrola, C-5, C-10, C-40, F-5, F-10 i F-20. Taj porast pripisuje se zbivanjima unutar materijala, a jedan od njih je naknadna polimerizacijska reakcija. S druge strane, kod materijala C-20 i F-40 vrijednosti savojnog modula tijekom starenja padaju, što je vjerojatno posljedica plastifikacije materijala uslijed apsorpcije vode i gubitka slabih fizikalnih interakcija među polimernim lancima (41). Unutar ograničenja ovog istraživanja, nije bilo moguće razjasniti zašto je ova pojava opažena samo kod materijala C-20 i F-40.

Materijali C-serije pokazali su kako s povećanjem udjela BS tijekom simuliranog starenja dolazi do promjene vrijednosti savojne čvrstoće i savojnog modula (Slike 12, 13, 14, 15 i 16). Promjene savojne čvrstoće i modula

opažene su i kod F-serije, međutim, bile su značajno slabije izražene. Time je potvrđena druga hipoteza i pokazana je veća postojanost mehaničkih svojstava kompozitnih materijala s novim modificiranim bioaktivnim staklom s niskim udjelom natrija.

Na Slici 12 vidljivo je da vrijednosti savojne čvrstoće unutar F-serije zadovoljavaju vrijednosti ISO 4049 standarda (iznad 80 MPa), čak i kod F-40 materijala koji ima statistički značajno smanjenje vrijednosti u odnosu na komercijalni kompozitni materijal i kontrolnu skupinu, što je zabilježeno u sva tri režima starenja. S druge strane, kod C-40 materijala nakon jednog dana starenja primijećeno je značajno smanjenje vrijednosti savojne čvrstoće koji ne zadovoljava ISO 4049 standard (manje od 80 MPa). U posljednja dva režima starenja, nezadovoljavajuće vrijednosti savojne čvrstoće također su prisutne kod C-20 i C-40 (manje od 80 MPa) materijala. Što se tiče savojnog modula, u C-seriji primijećen je trend pada vrijednosti za razliku od F-serije koja u pojedinim skupinama pokazuje čak i porast vrijednosti (Slika 13). Ovakvi rezultati pokazali su bolja i postojanija mehanička svojstva modificiranog BS u usporedbi s konvencionalnim BS što se pripisuje promijenjenom sastavu BS (smanjenje udjela natrija i dodatak fluorida) (16). To se pokazalo i na Slici 16, gdje su vrijednosti savojne čvrstoće i modula elastičnosti kompozitnih materijala s modificiranim BS, bez obzira na udio, dosljedno veće nego kod konvencionalnog BS. Također je vidljivo da porastom udjela dolazi do udaljavanja krivulja modificiranog i konvencionalnog BS, što ukazuje na činjenicu kako razlika između modificiranog i konvencionalnog BS postaje naglašenija s porastom udjela reaktivnog punila. Takvo ponašanje prisutno je u sva tri režima starenja. Time je potvrđena treća hipoteza.

## 6. ZAKLJUČAK

Na temelju rezultata ovog *in vitro* istraživanja eksperimentalnih remineralizirajućih kompozitnih materijala s dodatkom konvencionalnog i modificiranog BS može se zaključiti sljedeće:

1. Dodatak BS negativno utječe na savojnu čvrstoću i modul elastičnosti kompozitnih materijala;
2. Negativan učinak BS na mehanička svojstva znatno je izraženiji kod konvencionalnog BS nego kod modificiranog BS sa smanjenim udjelom natrija;
3. Simulirano starenje kod većine kompozitnih materijala dovodi do slabljenja mehaničkih svojstava, međutim, uslijed naknadne polimerizacije kod nekih materijala moguće je opaziti i poboljšanje mehaničkih svojstava;
4. Mehanička svojstva kompozitnih materijala s modificiranim BS manje su osjetljiva na degradaciju uzrokovanu simuliranim starenjem;
5. Klinički prihvatljive vrijednosti savojne čvrstoće zadane ISO 4049 standardom (80 MPa) ostvarene su kod svih kompozitnih materijala s modificiranim BS bez obzira na težinske udjele bioaktivnog punila (5–40 %), dok su materijali s konvencionalnim BS isti kriterij zadovoljili samo pri težinskim udjelima bioaktivnog punila do 20 %.

## **7. ZAHVALA**

Zahvaljujemo našem dragom mentoru dr. sc. Mateju Paru na strpljenju, prenesenom znanju, brojnim savjetima i riječima ohrabrenja upućenim tijekom izrade ovog rada. Također, zahvaljujemo mu na izdvojenom vremenu, optimizmu i zajedničkim trenucima koji će nam zauvijek ostati u lijepom sjećanju.

## 8. POPIS LITERATURE

1. Yadav R, Kumar M. Dental restorative composite materials: A review. *J Oral Biosci.* 2019;61(2):78–83.
2. Par M, Gubler A, Attin T, Tarle Z, Tarle A, Tauböck TT. Experimental bioactive glass-containing composites and commercial restorative materials: Anti-demineralizing protection of dentin. *Biomedicines.* 2021;9(11):1616.
3. Jokstad A. Secondary caries and microleakage. *Dent Mater.* 2016;32(1):11–25.
4. Nedeljkovic I, De Munck J, Vanloy A, Declerck D, Lambrechts P, Peumans M, et al. Secondary caries: prevalence, characteristics, and approach. *Clin Oral Investig.* 2020;24(2):683–91.
5. Par M, Spanovic N, Marovic D, Attin T, Tarle Z, Tauböck TT. Rapid high-intensity light-curing of bulk-fill composites: A quantitative analysis of marginal integrity. *J Dent.* 2021;111:103708.
6. Chuang SF, Chang CH, Chen TYF. Contraction behaviors of dental composite restorations — Finite element investigation with DIC validation. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2011;4(8):2138–49.
7. Schwendicke F, Kern M, Blunck U, Dörfer C, Drenck J, Paris S. Marginal integrity and secondary caries of selectively excavated teeth in vitro. *J Dent.* 2014;42(10):1261–8.
8. Mathur VP, Dhillon JK. Dental caries: A disease which needs attention. *Indian J Pediatr.* 2018;85(3):202–6.
9. Mitwalli H, AlSahafi R, Albeshir EG, Dai Q, Sun J, Oates TW, et al. Novel nano calcium fluoride remineralizing and antibacterial dental composites. *J Dent.* 2021;113:103789.
10. Fan M, Yang J, Xu HHK, Weir MD, Tao S, Yu Z, et al. Remineralization effectiveness of adhesive containing amorphous calcium phosphate nanoparticles on artificial initial enamel caries in a biofilm-challenged environment. *Clin Oral Investig.* 2021;25(9):5375–90.
11. Par M, Gubler A, Attin T, Tarle Z, Tarle A, Tauböck TT. Ion release and hydroxyapatite precipitation of resin composites functionalized with two types of bioactive glass. *J Dent.* 2022;118:103950.
12. Bakry AS, Takahashi H, Otsuki M, Tagami J. Evaluation of new treatment for incipient enamel demineralization using 45S5 bioglass. *Dent Mater.* 2014;30(3):314–20.
13. Par M, Gubler A, Attin T, Tarle Z, Tauböck TT. Anti-demineralizing protective effects on enamel identified in experimental and commercial restorative materials with functional fillers. *Sci Rep.* 2021;11(1):11806.
14. Par M, Prskalo K, Tauböck TT, Skenderovic H, Attin T, Tarle Z. Polymerization kinetics of experimental resin composites functionalized with conventional (45S5) and a customized low-sodium fluoride-containing bioactive glass. *Sci Rep.* 2021;11(1):21225.

15. Par M, Mohn D, Attin T, Tarle Z, Tauböck TT. Polymerization shrinkage behaviour of resin composites functionalized with unsilanized bioactive glass fillers. *Sci Rep.* 2020;10(1):15237.
16. Par M, Attin T, Tarle Z, Tauböck TT. A new customized bioactive glass filler to functionalize resin composites: Acid-neutralizing capability, degree of conversion, and apatite precipitation. *J Clin Med.* 2020;9(4):1173.
17. Khvostenko D, Hilton TJ, Ferracane JL, Mitchell JC, Kruzic JJ. Bioactive glass fillers reduce bacterial penetration into marginal gaps for composite restorations. *Dent Mater.* 2016;32(1):73–81.
18. Baino F, Hamzehlou S, Kargozar S. Bioactive glasses: Where are we and where are we going? *J Funct Biomater.* 2018;9(1):25.
19. Hench LL. The story of Bioglass®. *J Mater Sci Mater Med.* 2006;17(11):967–78.
20. Jones JR. Reprint of: Review of bioactive glass: From Hench to hybrids. *Acta Biomater.* 2015;23:S53–82.
21. Hench LL, Jones JR. Bioactive glasses: Frontiers and challenges. *Front Bioeng Biotechnol* [Internet]. 2015 [cited 2022 May 21];3. Available from: <http://journal.frontiersin.org/Article/10.3389/fbioe.2015.00194/abstract>
22. Par M, Tarle Z, Hickel R, Ilie N. Mechanical properties of experimental composites containing bioactive glass after artificial aging in water and ethanol. *Clin Oral Investig.* 2019;23(6):2733–41.
23. Czasch P, Ilie N. In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites. *Clin Oral Investig.* 2013;17(1):227–35.
24. Han X, Chen Y, Jiang Q, Liu X, Chen Y. Novel bioactive glass-modified hybrid composite resin: Mechanical properties, biocompatibility, and antibacterial and remineralizing activity. *Front Bioeng Biotechnol.* 2021;9:661734.
25. Boussès Y, Brulat-Bouchard N, Bouchard PO, Tillier Y. A numerical, theoretical and experimental study of the effect of thermocycling on the matrix-filler interface of dental restorative materials. *Dent Mater.* 2021;37(5):772–82.
26. Lima VP, Machado JB, Zhang Y, Loomans BAC, Moraes RR. Laboratory methods to simulate the mechanical degradation of resin composite restorations. *Dent Mater.* 2022;38(1):214–29.
27. Ilie N. ISO 4049 versus NIST 4877: Influence of stress configuration on the outcome of a three-point bending test in resin-based dental materials and interrelation between standards. *J Dent.* 2021;110:103682.
28. Ibrahim MS, Alabbas MS, Alsomaly KU, AlMansour AA, Aljouie AA, Alzahrani MM, et al. Flexural strength, elastic modulus and remineralizing abilities of bioactive resin-based dental sealants. *Polymers.* 2021;14(1):61.

29. Yang SY, Piao YZ, Kim SM, Lee YK, Kim KN, Kim KM. Acid neutralizing, mechanical and physical properties of pit and fissure sealants containing melt-derived 45S5 bioactive glass. *Dent Mater.* 2013;29(12):1228–35.
30. Stone-Weiss N, Bradtmüller H, Eckert H, Goel A. Composition–structure–solubility relationships in borosilicate glasses: Toward a rational design of bioactive glasses with controlled dissolution behavior. *ACS Appl Mater Interfaces.* 2021;13(27):31495–513.
31. Kaur G, Kumar V, Bains F, Mauro JC, Pickrell G, Evans I, et al. Mechanical properties of bioactive glasses, ceramics, glass-ceramics and composites: State-of-the-art review and future challenges. *Mater Sci Eng C.* 2019;104:109895.
32. Yu Y, Bacsik Z, Edén M. Contrasting In Vitro Apatite Growth from Bioactive Glass Surfaces with that of Spontaneous Precipitation. *Materials.* 2018;11(9):1690.
33. Par M, Gamulin O, Marovic D, Klaric E, Tarle Z. Effect of temperature on post-cure polymerization of bulk-fill composites. *J Dent.* 2014;42(10):1255–60.
34. Par M, Spanovic N, Tauböck TT, Attin T, Tarle Z. Degree of conversion of experimental resin composites containing bioactive glass 45S5: the effect of post-cure heating. *Sci Rep.* 2019;9(1):17245.
35. Par M, Spanovic N, Mohn D, Attin T, Tauböck TT, Tarle Z. Curing potential of experimental resin composites filled with bioactive glass: A comparison between Bis-EMA and UDMA based resin systems. *Dent Mater.* 2020;36(6):711–23.
36. Par M, Spanovic N, Bjelovucic R, Skenderovic H, Gamulin O, Tarle Z. Curing potential of experimental resin composites with systematically varying amount of bioactive glass: Degree of conversion, light transmittance and depth of cure. *J Dent.* 2018;75:113–20.
37. Par M, Tarle Z, Hickel R, Ilie N. Polymerization kinetics of experimental bioactive composites containing bioactive glass. *J Dent.* 2018;76:83–8.
38. Zantner C. Sliding wear of 19 commercially available composites and compomers. *Dent Mater.* 2004;20(3):277–85.
39. Drummond JL. Degradation, fatigue, and failure of resin dental composite materials. *J Dent Res.* 2008;87(8):710–9.
40. Wendler M, Stenger A, Ripper J, Priewich E, Belli R, Lohbauer U. Mechanical degradation of contemporary CAD/CAM resin composite materials after water ageing. *Dent Mater.* 2021;37(7):1156–67.
41. Sideridou ID, Karabela MM, Bikiaris DN. Aging studies of light cured dimethacrylate-based dental resins and a resin composite in water or ethanol/water. *Dent Mater.* 2007;23(9):1142–9.



## 9. SAŽETAK

Laura Plančak, Lucija Ratkovski

### ISPITIVANJE MEHANIČKIH SVOJSTAVA EKSPERIMENTALNIH KOMPOZITNIH MATERIJALA S BIOAKTIVNIM STAKLOM

UVOD: Dodatkom reaktivnih punila od bioaktivnog stakla (BS) moguće je ostvariti remineralizacijski učinak kompozitnih materijala i smanjiti njihovu sklonost pojavi sekundarnog karijesa. Međutim, reaktivna punila oslabljuju mehanička svojstva, što ograničava primjenjivost materijala u restaurativne svrhe. Negativan učinak reaktivnih punila na mehanička svojstva kompozitnih materijala može se umanjiti primjenom modificiranog BS sa smanjenim udjelom natrija. Cilj ovog *in vitro* istraživanja bio je usporediti učinak dvaju vrsta BS (konvencionalnog i modificiranog) na mehanička svojstva kompozitnih materijala.

MATERIJALI I METODE: Pripremljene su dvije serije svjetlosno polimerizirajućih eksperimentalnih kompozitnih materijala s težinskim udjelima BS od 5–40 % i ukupnim udjelom punila od 70 %. Prva serija sadržavala je rastuće udjele konvencionalnog BS, a druga odgovarajuće udjele modificiranog BS sa smanjenim udjelom natrija. Uzorci za testiranje mehaničkih svojstava dimenzija  $2 \times 2 \times 16$  mm pripremljeni su u skladu s ISO 4049 protokolom. Savojna čvrstoća i modul elastičnosti izmjereni su nakon tri različita režima simuliranog starenja (1 dan, 30 dana, 30 dana i termocikliranje od 10.000 termociklusa između 5 i 55 °C). Ukupno je ispitano 600 uzoraka (20 uzoraka po eksperimentalnoj skupini  $\times$  10 materijala  $\times$  3 režima simuliranog starenja). Podaci su analizirani s obzirom na vrstu BS, težinski udio BS i režim simuliranog starenja.

REZULTATI: Dodatak BS doveo je do smanjenja savojne čvrstoće i modula elastičnosti eksperimentalnih kompozitnih materijala pri čemu je negativan učinak reaktivnih punila na mehanička svojstva bio značajno manje izražen kod modificiranog BS. Simulirano starenje manje je utjecalo na degradaciju mehaničkih svojstava kod materijala s modificiranim BS u usporedbi s konvencionalnim BS. Minimalna zadovoljavajuća vrijednost savojne čvrstoće propisana prema ISO 4049 standardu (80 MPa nakon starenja u vodi u trajanju od jednog dana) ostvarena je pri težinskim udjelima konvencionalnog BS do 20 %, dok je za modificirano BS isti uvjet bio ispunjen za sve težinske udjele do 40 %.

ZAKLJUČAK: Kompozitni materijali s modificiranim BS pokazali su bolja i postojanija mehanička svojstva u usporedbi s materijalima s konvencionalnim BS 45S5.

KLJUČNE RIJEČI: remineralizirajući kompozitni materijali, bioaktivna stakla, savojna čvrstoća, savojni modul, simulirano starenje materijala

## 10. SUMMARY

Laura Plančak, Lucija Ratkovski

### MECHANICAL PROPERTIES OF EXPERIMENTAL RESIN COMPOSITES WITH BIOACTIVE GLASS

**INTRODUCTION:** Addition of bioactive glass (BG) fillers can be used to achieve a remineralizing effect in composite materials and reduce their susceptibility to secondary caries. However, reactive fillers diminish mechanical properties, thereby limiting material's applicability for restorative purposes. Negative effect of reactive fillers on mechanical properties of composite materials can be reduced by using a modified low-sodium BG composition. The aim of this *in vitro* study was to compare the effect of two BG types (conventional and modified) on mechanical properties of composite materials.

**MATERIALS AND METHODS:** Two series of light-curing experimental composite materials with a BG load of 5–40 % by weight and a total filler load of 70 % were prepared. The first series contained increasing amounts of conventional BG, and the second the corresponding amounts of modified low-sodium BG. Specimens for mechanical testing ( $2 \times 2 \times 16$  mm) were prepared following the ISO 4049 protocol. Flexural strength and elastic modulus were measured after three different simulated ageing protocols (1 day, 30 days, 30 days, and thermocycling of 10,000 thermocycles between 5 and 55 ° C). A total of 600 samples were tested (20 samples per experimental group  $\times$  10 materials  $\times$  3 simulated ageing protocols). Data were analyzed considering the BG type, BG load, and simulated ageing protocol.

**RESULTS:** Addition of BG led to the decrease in flexural strength and elastic modulus of experimental composite materials, whereas negative effect of reactive fillers on mechanical properties was significantly less pronounced for modified BG. Simulated ageing exerted less effect on degradation of mechanical properties in materials with modified BG compared to conventional BG. Minimum requirement for flexural strength prescribed according to the ISO 4049 standard (80 MPa after ageing in water for one day) was achieved for filler loads of conventional BG up to 20 %, while for modified BG the same requirement was met for all filler loads up to 40 %.

**CONCLUSION:** Composite materials functionalized with modified BG showed better and more stable mechanical properties compared to materials with conventional BG 45S5.

**KEY WORDS:** remineralizing resin composites, bioactive glasses, flexural strength, flexural modulus, simulated material ageing