

## ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ НА ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА СОВРЕМЕННЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ СЖАТИИ

Восстановление утраченных структур зуба возможно прямым (реставрация изготавливается непосредственно в полости рта пациента) и непрямым методами (реставрация изготавливается в зуботехнической мастерской). Успех реставрации зависит от мастерства выполнения технических приемов и функциональных свойств самого пломбировочного материала. Причем прочностные свойства используемых материалов не должны отличаться от свойств твердых тканей зуба, так как при механическом нагружении конструкции в месте их соединения будут возникать напряжения, что может привести к разрушению. Дентин, составляющий основную часть зуба, способен быть одновременно упругим и прочным пластичным материалом [4]. Поэтому реставрационные материалы должны обладать данным набором уникальных свойств, примером таких материалов являются наполненные полимеры [5, 6]. Действительно, композитные материалы на основе полимеров на сегодняшний день являются широко применяемыми материалами в терапевтической и ортопедической стоматологии, которые обладают еще и эстетическими свойствами. Каждый метод предусматривает использование специально созданного материала. Для прямого метода наиболее перспективной группой материалов являются нанокластерные композиты (примером этой группы является Filtek Ultimate, 3M ESPE, USA), тогда как при непрямом методе используются лабораторные композиционные материалы. Примером такого материала являются микрогибридные композиционные материалы с керамическим наполнителем (Gradia Indirect, GC dental, Japan).

Наиболее широко используемыми химическими соединениями органической составляющей композиционных реставрационных материалов являются BisGMA (2,2bis[4-(2-



**Ивашов А.С.**

соискатель каф. пропедевтики и физиотерапии стомат. заболеваний ГБОУ ВПО УГМУ, г. Екатеринбург  
врач-стоматолог,  
svet\_anel11@mail.ru



**Мандра Ю.В.**

д.м.н., доцент, заведующая кафедрой пропедевтики и физиотерапии стоматологических заболеваний ГБОУ ВПО УГМУ, г. Екатеринбург

### Резюме

В данной статье представлена зависимость прочностных свойств пломбировочных материалов на примере Filtek Ultimate оттенка А3В, Filtek Ultimate оттенка А3Е и Gradia (GC dental) оттенка ОDB3 при одноосном сжатии от температуры полимеризации в сравнении с дентином. Пластичность нагретого материала не коррелирует ни со степенью наполненности, ни с характеристиками наполнителя композитного материала. Это позволяет усовершенствовать технологический аспект изготовления прямой реставрации.

*Ключевые слова:* пломбировочные материалы, дентин, прочностные свойства.

### DEPENDENCE OF THE STRENGTH PROPERTIES OF ADVANCED COMPOSITE MATERIALS UNDER COMPRESSION TEMPERATURE CURING

Ivashov A.S., Mandra J.V.

### The summary

The purpose of research is to study the dependence of the strength properties of filling materials Filtek Ultimate, Filtek Ultimate and Gradia under uniaxial compression of the polymerization temperature in comparison with dentin. The polymerization is increase in strength nanocluster composite Filtek Ultimate with increasing temperature. The dexterity material properties improved with increasing temperature.

*Keywords:* filling materials, dentin, strength properties.

hydroxy-3-methacryloyloxypropoxy)phenyl]propane) и TEGDMA (triethylene glycol dimethacrylate). Но у этих кополимеров имеется ряд недостатков: объемная усадка в процессе полимеризации и отсутствие полной конверсии двойных связей молекул мономеров. Благодаря пониманию кинетики реакции возможно улучшение физических свойств материала после полимеризации. BisGMA/TEGDMA кополимеризация протекает схоже с диметакрилатными системами и имеет диффузно-зависимую реакцию, что объясняет зависимость степени конверсии от температуры и соотношения кополимеров.

### Цель исследования

Изучить зависимость прочностных свойств пломбировочных материалов на примере Filtek Ultimate оттенка А3В, Filtek Ultimate оттенка А3Е и Gradia (GC dental) оттенка ОДВ3 при одноосном сжатии от температуры полимеризации в сравнении с дентином.

### Материалы и методы исследования

Для проведения механических испытаний из материалов Filtek Ultimate оттенка А3В, Filtek Ultimate оттенка А3Е и Gradia (GC dental) оттенка ОДВ3 были изготовлены образцы в форме параллелепипедов с размерами 4x4x2 мм<sup>3</sup>. Подготовка композитных блоков проводилась по следующей разработанной методике. В заранее подготовленную форму формовался материал с последующей конденсацией для исключения образования пор в образцах. Далее блоки из материала Filtek Ultimate отверждались светом полимеризационной лампы MegaLux в течение 30 секунд. В случае подготовки блоков из нагретого композита отверждение материала проводилось незамедлительно после конденсации композита в форму. Блоки из материала Gradia Inderect отверждались светом полимеризационной печи Gradia в течение 5 минут. Из материала Filtek Ultimate были подготовлены следующие группы образцов из оттенка А3В:

1.1 отвержденные при комнатной температуре (24°C),

1.2 отвержденные при температуре 50°C,

1.3 отвержденные при температуре 55°C,

1.4 отвержденные при температуре 60°C,

1.5 отвержденные при температуре 65°C,

1.6 отвержденные при температуре 70°C,

1.7 отвержденные при температуре 100°C.

Из оттенка А3Е:

2.1 при комнатной температуре (24°C),

2.2 при температуре 50°C,

2.3 при температуре 55°C,

2.4 при температуре 60°C,

2.5 при температуре 65°C,

2.6 при температуре 70°C.

Образцы из материала Gradia отверждены при комнатной температуре (24°C).

Для придания более совершенной геометрии все группы образцов обрабатывались на абразивных бумагах и окончательно имели размеры 2x2x1,3 мм<sup>3</sup>. Для сравнения из коронковых частей интактных моляров, удаленных по ортодонтическим показаниям, были изготовлены 10 образцов эквивалентных размеров по методике, описанной ранее [7]. Механические испытания на сжатие проводились на разрывной машине Shimadzu AG-X 50kN при комнатной температуре и скоростью перемещения траверсы 0,1 мм/мин. Обработка результатов выполнялась на стандартном программном обеспечении для данной машины Trapezium-X.

### Результаты исследования и их обсуждение

Результаты механических испытаний для всех групп образцов приведены в таблице 1. Испытания на сжатие останавливали, когда на деформационных кривых возникал перелом. Образцы, изготовленные из материалов Filtek Ultimate А3В и А3Е, после испытания полностью разрушались, тогда как образцы, изготовленные из Gradia ОД В3 и дентина, не разрушались, несмотря на появление в них трещин. Поэтому возникновение перелома на кривых можно связать с зарождением трещин в образцах. Так как в случае испытания групп образцов из Gradia ОД В3 и дентина они сохраняли свою форму после сжатия, то у них были измерены линейные размеры.

На деформационных кривых для Filtek Ultimate А3В и А3Е можно выделить два типичных участка (рис. 1 а и б). Первый участок нелинейный, он начинается из начала координат и заканчивается при 1,5% деформации и напряжении 30 МПа. Такое поведение связано с особенностями испытания малогабаритных образцов на сжатие, когда из-за непараллельности поверхностей сжатия образцов на начальном этапе испытания происходит их неполное касание пуансоном, что приводит к различию между условными и истинными напряжениями. Далее следует линейный участок до ~10% и ~500 МПа. На этом участке был рассчитан модуль Юнга (E), а максимальное напряжение при испытании или точка перегиба на кривых принимались как предел прочности ( $\sigma_B$ ). Результаты механических испытаний на сжатие показали, что для образцов, изготовленных из Filtek Ultimate А3В и А3Е, механические величины не отличаются.

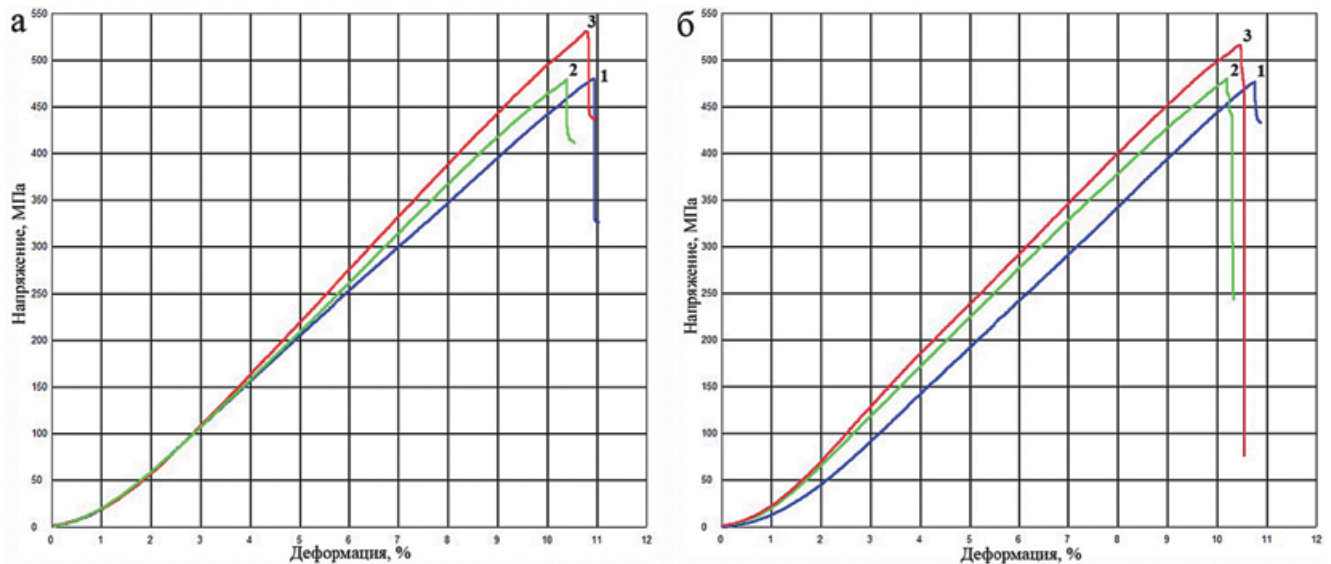


Рис. 1. Деформационные кривые при сжатии образцов пломб при разной температуре полимеризации: а – Filtek Ultimate A3B (кривые: 1 – 24°C, 2 – 55°C, 3 – 100°C); б – Filtek Ultimate A3E (кривые: 1 – 24°C, 2 – 55°C, 3 – 70°C)

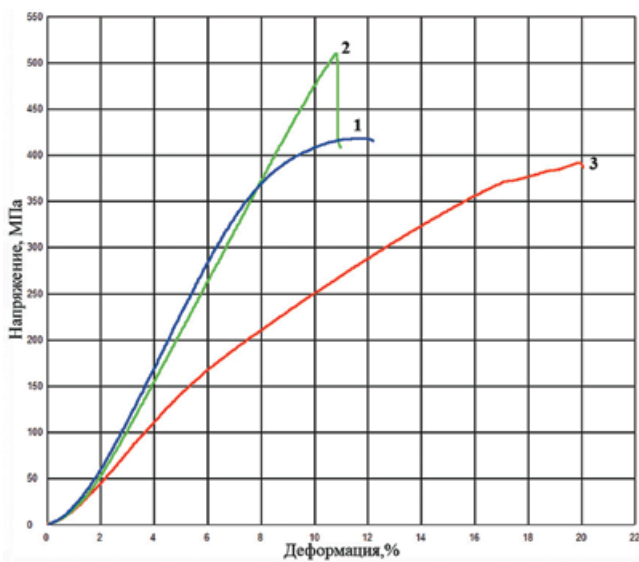


Рис. 2. Деформационные кривые при сжатии: кривая 1 – дентин; кривая 2 – Filtek Ultimate A3B (t=100°C); кривая 3 – Gradia OD B3 (t=24°C)

Таблица 1

Механические свойства образцов при сжатии

Материал	Температура полимеризации, С°	E, ГПа	$\sigma_b$ , МПа	$\epsilon$ , %
Дентин	–	5,46±0,35	406±25	11,7±2,0
Filtek Ultimate A3B	24°	4,73±0,43	472±14	10,8±0,7
	50°	4,91±0,18	462±40	11,0±0,5
	55°	5,14±0,26	475±43	9,9±0,5
	60°	5,52±0,23	517±46	10,7±0,4
	65°	5,26±0,11	514±35	10,6±0,9
	70°	5,19±0,21	506±43	10,3±0,4
	100°	5,48±0,42	524±30	11,0±0,6
Filtek Ultimate A3E	24°	5,07±0,19	477±16	10,9±0,4
	50°	5,45±0,41	498±41	10,5±0,5
	55°	5,40±0,21	480±27	10,2±0,6
	60°	5,28±0,24	483±18	10,1±0,5
	65°	5,31±0,09	507±26	10,6±0,4
	70°	5,73±0,32	528±37	10,7±0,2
Gradia OD B3	24°	3,30±0,46	397±18	19,7±1,6

## Одноразовые МАСКИ, ЭКРАНЫ, ОЧКИ



### «ISOLITE»

3-слойные, бумажные, прямоугольные, на мягких резиночках.

Цвета: ◆ ◆ в упаковке 50 шт.



### «ISOFLUID»

3-слойные с влагоустойчивым внешним слоем, бумажные, прямоугольные, на мягких резиночках.

Цвета: ◆ ◆ ◆ ◆ в упаковке 50 шт.



### «FOGFREE»

3-слойные, незапотевающие, бумажные, прямоугольные, на мягких резиночках.

Цвета: ◆ ◆ в упаковке 40 шт.



### «FOGFREE с экраном»

Незапотевающие, бумажные, с пластиковым защитным экраном, на мягких резиночках.

Цвета: ◆ в упаковке 25 шт.



### «SURGICAL»

Хирургические, бумажные, прямоугольные, на завязках.

Цвета: ◆ в упаковке 50 шт.



### «MOLDED»

хирургические – респираторы, спрессованные, на мягких резиночках.

Цвета: ◆ ◆ в упаковке 50 шт.



### ЗАЩИТНЫЕ ЭКРАНЫ ДЛЯ ЛИЦА

в упаковке 1 шт.



### «ISOLATOR PLUS» ХИРУРГИЧЕСКИЕ

*высший уровень защиты*

Бумажные, прямоугольные, на мягких резиночках. Цвета: ◆ в упаковке 28 шт.

## Материалы и оборудование для стерилизации



### ПАКЕТЫ «Self-Sealing» САМОЗАКЛЕИВАЮЩИЕСЯ

Паровая или газовая стерилизация.

Бумага–пластик. С индикатором.

6 x 10 см (2¼"x4") в упаковке 200 шт.  
7 x 23 см (2¾"x9") в упаковке 200 шт.  
9 x 13 см (3½"x5¼") в упаковке 200 шт.  
9 x 23 см (3½"x9") в упаковке 200 шт.  
11 x 28 см (4¼"x11") в упаковке 200 шт.  
13 x 25 см (5¼"x10") в упаковке 200 шт.  
19 x 33 см (7½"x13") в упаковке 200 шт.  
25 x 38 см (10"x15") в упаковке 100 шт.  
30 x 38 см (12"x15") в упаковке 100 шт.



### РУЛОНЫ «Sani-Roll»

Паровая или газовая стерилизация. С индикатором. Бумага–пластик.

8 см x 30 м (3x100')  
10 см x 30 м (4x100')  
15 см x 30 м (6x100')

### НЕЙЛОНОВЫЕ ТУБЫ «Sani-Tubes»

Сухожар до 210°C, могут использоваться в автоклавах.

8 см x 30 м (3x100')  
10 см x 30 м (4x100')  
15 см x 30 м (6x100')



## Одноразовые ВАТНЫЕ ВАЛИКИ



**ВАТНЫЕ ВАЛИКИ** размер «Medium № 2»  
Не стерильные, натуральный хлопок, в упаковке 2000 шт., 4x1 см.

**ВАТНЫЕ ВАЛИКИ ФИГУРНЫЕ «ЗАПЛЕТЕННЫЕ»** размер «Medium № 2»  
Не стерильные, натуральный хлопок, в упаковке 2000 шт., 3,8x0,95 см.

**ВАТНЫЕ ВАЛИКИ «Advantage PLUS»** размер «Medium № 2»  
Не стерильные, натуральный хлопок, в упаковке 2000 шт., 4x1 см.

**КОНТЕЙНЕР** для ватных валиков. Прозрачные с дозатором по 2 валика.  
Цвета: ◆ ◆

## Закрытое Акционерное Общество «СС ВАЙТ»

Телефон: (495) 730-51-23, 952-23-51, 952-01-47. Факс: (495) 952-04-80.  
www.crosstex.ru www.sswite.ru E-mail: info@crosstex.ru



В обоих случаях при увеличении температуры полимеризации наблюдается небольшое увеличение величин модуля Юнга (с  $4,73 \pm 0,43$  до  $5,48 \pm 0,42$  для Filtek Ultimate A3B и с  $5,07 \pm 0,19$  до  $5,73 \pm 0,32$  – для Filtek Ultimate A3E) и предела прочности (с  $472 \pm 14$  до  $524 \pm 30$  для Filtek Ultimate A3B и с  $477 \pm 16$  до  $528 \pm 372$  – для Filtek Ultimate A3E), тогда как полная деформация не изменялась.

В случае сжатия образцов из групп для дентина и Gradia OD B3 величины линейных участков были иными, в случае дентина он заканчивался при 7% деформации и напряжении 320 МПа, а в случае Gradia OD B3 при 4% и 120 МПа соответственно (рис. 2). Также в этих образцах после линейного участка присутствовал нелинейный участок до 12% и 400 МПа для образцов из дентина и 20% и 400 МПа – для образцов из Gradia OD B3. Из измерения линейных размеров образцов до и после сжатия было получено, что величина упругой деформации  $\epsilon_{\text{упр}} = 7,1 \pm 0,3\%$ , а пластической  $\epsilon_{\text{пласт}} = 4,6 \pm 0,6\%$  для дентина, и  $\epsilon_{\text{упр}} = 12,5 \pm 0,5\%$  и  $\epsilon_{\text{пласт}} = 7,2 \pm 0,7\%$  для Gradia OD B3 соответственно.

Trujillo M. et al., используя спектроскопию в ближней инфракрасной области, доказали, что наибольшая степень конверсии реставрационных стоматологических материалов достигается при использовании температуры  $54,5^\circ\text{C}$  [Dent Mater. 2004. Oct; 20 (8): 766-77]. Эти данные соотносятся с полученными результатами в увеличении прочности при повышении температуры до  $55^\circ\text{C}$ .

В процессе полимеризации композитных стоматологических материалов финальная конверсия составляет от 55 до 75%. В результате низкой конверсии увеличивается количество выделяемого мономера, уменьшается адгезия полимерной матрицы к наполнителю [J Dent Res. 1996 Aug; 75 (8): 1607-12], что объясняет увеличение прочности нагретых композитных материалов при одноосном сжатии.

При дальнейшем нагреве материала прироста прочности не наблюдалось, что соотносится с исследованиями Daronch M. et al. Повышение температуры увеличивает скорость взаимной диффузии кополимеров, что способствует скорейшему достижению максимальной степени конверсии. При достижении полной конверсии при комнатной температуре дальнейшее повышение температуры не вызывает повышения конверсии [J Dent Res. 2006 Jan; 85 (1): 38-43].

Повышение температуры при отверждении композитного материала не приводит к статистически значимым изменениям в механических свойствах, но делает консистенцию материала более пластичной, что позволяет адаптировать ком-

позит к стенкам кариозной полости качественней и с меньшим риском появления пор и разрывов материала [Eur J Dent. 2008 Oct; 2 (4): 263-8]. Повышение температуры, как правило, увеличивает пластичность композитного материала, но не всех марок композитных материалов, поэтому невозможно предсказать степень пластичности материала. Пластичность нагретого материала до 54 и 60, по данным исследования, эквивалентна [J Prosthet Dent. 2006 Dec; 96 (6): 424-32]. Пластичность нагретого материала не коррелирует ни со степенью наполненности, ни с характеристиками наполнителя композитного материала. Это позволяет усовершенствовать технологический аспект изготовления прямой реставрации.

Важным моментом клинического применения нагретого композита является то, что нет риска термического повреждения пульпы, так как использование нагретого композитного материала (54, 60) приводит к повышению температуры пульпарной камеры на  $0,8^\circ\text{C}$ , при условии толщины дентина от дна кариозной полости до пульпы 1 мм. Повышение температуры пульповой камеры при отсвечивании как нагретого, так и ненагретого композита составило около  $5^\circ\text{C}$  [Dent Mater. 2007 Oct; 23 (10): 1283-8. Epub 2007, Jan 2]. По данным Rueggeberg F.A. et al., при исследовании in vivo повышение температуры пульповой камеры составило от 6 до 8 градусов Цельсия, что значительно меньше ожидаемого повышения [J Esthet Restor Dent. 2010 Oct; 22 (5): 314-22. doi: 10.1111/j.1708-8240.2010.00358.x].

Образцы из групп материалов Filtek Ultimate при температурах полимеризации, близких к  $55^\circ\text{C}$ , имеют модуль Юнга, наиболее близкий к дентину, хотя отклонение значения при других температурах незначительно. Тогда как модуль Юнга для Gradia был значительно ниже. По прочности образцы из Filtek Ultimate превышают прочность дентина на  $\sim 20\%$ , но, в отличие от образцов из дентина, они разрушаются при достижении предела прочности. Образцы Gradia уступают дентину в упругости, но являются более пластичными при сопоставимой прочности. Известно, что при пережевывании пищи в человеческих зубах механические напряжения обычно ограничены 30 МПа, хотя жевательный аппарат способен создать усилие, необходимое для перекусывания низколегированной стали ( $\sim 500\text{МПа}$ ) [7]. Однако при 100 МПа человек испытывает боль, что ограничивает область интересующих механических характеристик. Деформации при этой нагрузке для всех групп образцов являются обратимыми, ее величина для Filtek Ultimate и дентина составляет

~3%, а для Gradia ~4%. Такое различие является достаточно существенным, поэтому можно заключить, что Filtek Ultimate при нормальных условиях по прочностным свойствам является подходящим материалом при реставрации.

### Выводы

1. При увеличении температуры полимеризации происходит статистически незначимое увеличение прочности нанокластерного композиционного материала Filtek Ultimate.

2. Увеличение прочности эквивалентно у материала оттенка «боди» и оттенка «эмаль».

3. При увеличении температуры улучшаются манипуляционные свойства материала. Материал становится более пластичным и легче адаптируется к стенкам кариозной полости и моделируется.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Degree of conversion of three composite materials employed in the adhesive cementation of indirect restorations: a micro-Raman analysis / P.A.Acquaviva, F.Cerutti, G.Adami, M.Gagliani, M.Ferrari, E.Gherlone, CeruttiA // J Dent. – 2009. – Aug; 37 (8): 610-5.
2. The influence of comonomer composition on dimethacrylate resin properties for dental composites / K.S.Anseth, M.D.Goodner, M.A.Reil, A.R.Kannurpatti, S.M. Newman, C.N.Bowman // J Dent Res. – 1996. – Aug; 75 (8): 1607-12.
3. Effect of temperature on unpolymerized composite resin film thickness / J.S. Blalock, R.G.Holmes, F.A.Rueggeberg // J Prosthet Dent. – 2006. – Dec; 96 (6): 424-32.
4. Degree of conversion and mechanical properties of a BisGMA:TEGDMA composite as a function of the applied radiant exposure / F.C.Calheiros, M.Daronch, F.A.Rueggeberg, R.R.Braga // J Biomed Mater Res B Appl Biomater. – 2008. Feb; 84 (2): 503-9.
5. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system // F.C.Calheiros, M.Daronch, F.A.Rueggeberg, R.R.Braga // Dent Mater. – 2008. – Sep; 24 (9): 1164-8.
6. Monomer conversion of pre-heated composite / M.Daronch, F.A.Rueggeberg, M.F.De Goes // J Dent Res. – 2005. Jul; 84 (7): 663-7.
7. Деформация и разрушение человеческого дентина / Д.В.Зайцев, С.С.Григорьев, О.В.Антонова, П.Е.Панфилов // Деформация и разрушение материалов. – 2011, том 6. – С. 37-43.

**Art Line**  
 медицинская одежда  
 medicine wear

Ждем Вас  
 с 10:00 до 20:00  
 Без перерыва  
 Без выходных

Екатеринбург  
 ул. Малышева 1

+7 (343) 376 50 89  
[www.medpodium.ru](http://www.medpodium.ru)