



**UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI CATANIA**  
**FACOLTA' DI MEDICINA E CHIRURGIA**  
**DIPARTIMENTO DI SPECIALITA' MEDICO - CHIRURGICHE**  
**XXIV CICLO**  
**COORDINATORE: PROF. MARIO CALTABIANO**

---

**Ricerche in vitro sui materiali dentari  
nella Odontoiatria Riabilitativa  
in pazienti sottoposti  
a terapia ortognatodontica**

**TUTOR**  
**PROF. MARIO CALTABIANO**

**DOTTORANDO**  
**DOTT.SSA GIUSEPPINA CASELLA**

---

**ANNO ACCADEMICO 2010 - 2011**

# INDICE GENERALE

INTRODUZIONE .....	pag. 3
Carie dentale .....	3
Epidemiologia .....	3
Sviluppo del metodo epidemiologico.....	4
Indici usati nella carie dentale .....	7
<b>I PARTE: PROPRIETA' MECCANICHE DEI MATERIALI DENTARI</b>	
Generalità.....	10
Cementi resinosi .....	10
Proprietà meccaniche dei cementi resinosi .....	11
Resistenza alla flessione .....	12
Resistenza all'usura .....	13
Durezza .....	14
Fattori che influenzano le proprietà meccaniche .....	14
Grado e velocità di conversione .....	14
Composizione chimica della resina .....	16
Il filler.....	19
<b>II PARTE: PROPRIETA' MECCANICHE DEI COMPOSITI</b>	
Generalità.....	21
Modulo di Elasticità o Modulo di Young .....	21
Creep test .....	23
Fatica .....	24
Usura .....	25
Contrazione da polimerizzazione .....	26
Porosità.....	27
Viscosità .....	28
Assorbimento d'acqua .....	28
Idrofilia .....	28
Ruolo del legame matrice – riempitivo .....	28
Meccanismi di polimerizzazione .....	29
Adesione .....	30
<b>III PARTE: RICERCHE IN VITRO SUI MATERIALI DENTARI NELL'ODONTOIATRIA RIABILITATIVA</b>	
Ricerche fisico-chimico-meccaniche dei materiali dentari eseguite in laboratorio dal 2008 al 2011 .....	31
Valutazione delle caratteristiche meccaniche di quattro compositi fotopolimerizzati con sorgente alogena e LED.....	41
Compositi fotopolimerizzati con luce alogena e LED. Proprietà meccaniche .....	48
Analisi delle caratteristiche meccaniche di tre composite sottoposti a test di compressione.....	55
Caratterizzazione delle proprietà meccaniche di cinque composite sottoposti a test di usura.....	56
Misurazione dell'angolo di contatto di cinque adesivi smalto-dentinali .....	58
Pretrattamento dei perni in fibra: Analisi al Microscopio Confocale.....	59
CONCLUSIONI .....	69
BIBLIOGRAFIA .....	72

# INTRODUZIONE

## **Carie dentaria**

La carie dentaria è, secondo la definizione di Roccia, un processo distruttivo lento, localizzato, dei tessuti duri del dente, che si estende dalla superficie in profondità, caratterizzato da una progressiva decalcificazione e successiva dissoluzione dell'impalcatura organica del dente stesso. Essa, per la sua grande diffusione e per le molteplici complicazioni che può determinare, domina gran parte della patologia orale (pulpopatie, paradentiti apicali, ascessi e flemmoni perimascellari, osteiti, osteoperiostiti, osteomieliti, ecc).

La carie costituisce inoltre una costante porta d'entrata nell'organismo alle più svariate infezioni come avviene nelle infezioni focali.

Per questi suoi peculiari caratteri e per l'indebolimento dell'organo della masticazione ad essa legato, indebolimento che incide negativamente sulle funzioni digestive, la carie va considerata una malattia capace di compromettere a distanza di tempo lo stato generale di salute dell'organismo.

## **Epidemiologia**

La parola "epidemiologia" è di origine greca. Può essere definita come lo studio della salute e delle malattie nelle popolazioni e sul modo in cui queste condizioni vengono influenzate dall'ambiente e dal tipo di vita. Pertanto si può citare un esempio su come l'ambiente influenza la malattia: alla fine del 19° secolo le cause principali di morte in Gran Bretagna erano rappresentate dalla difterite, dalla scarlattina, dalla febbre tifoidea, dalla tubercolosi e da altre malattie bronchiali, strettamente legate alle condizioni ambientali. I maggiori problemi patologici attuali, quali le malattie cardiache, le neoplasie, i disturbi mentali riflettono altrettanto strettamente l'ambiente attuale. Il "Metodo epidemiologico" è un approccio mediante il quale si esaminano le

condizioni di salute e di malattia in una comunità in relazione a fattori specifici legati all'ambiente in cui la comunità stessa vive.

L'epidemiologia è legata all'ecologia, quella branca della biologia che si occupa delle relazioni reciproche tra ambiente e organismi. Dal punto di vista ecologico, l'uomo è un organismo in costante interazione con altri organismi nell'ambiente, tutti in continuo mutamento e adattamento gli uni agli altri e tra i quali non si raggiunge mai un equilibrio permanente. Consente anche di capire meglio il concetto eziologico "multifattoriale" della malattia, per cui la "causa" dei moderni problemi patologici è legata sia allo stress, al benessere, alla dieta, al tempo libero, alle condizioni materiali e morali che ai microrganismi. Carie dentale e malattia parodontale sono entrambe esempi di patologia a cause multifattoriali.

## **Sviluppo del metodo epidemiologico**

Un'epidemia compare quando una condizione patologica colpisce molte persone in una zona nello stesso periodo, anche se spesso si definisce "malattia epidemica" una malattia ad elevata morbosità che è presente in una comunità soltanto occasionalmente.

Lo scopo a lungo termine dell'epidemiologia è il controllo e la prevenzione della malattia. È così anche per altre branche delle scienze della salute, come la clinica medica e la patologia, ma qual è l'importanza dell'approccio epidemiologico? In sostanza si tratta del riconoscimento del fatto che le variazioni biologiche possono essere enormi da individuo a individuo in una data situazione. Un farmaco che ha un effetto in un soggetto può non averlo in un altro; due membri della stessa famiglia possono avere tipi di carie dentale del tutto diversi. Le variazioni biologiche possono essere valutate soltanto mediante l'esame di un gruppo di soggetti in cui ci si può aspettare di riscontrare una certa variabilità. Poiché dal gruppo si otterranno varie misurazioni, ci si deve servire della biostatistica per interpretarle. La biostatistica viene considerata un metodo rigoroso di osservazione di fenomeni che variano e la sua applicazione alle misurazioni epidemiologiche è un passo fondamentale per il

raggiungimento di conclusioni corrette. Si possono infatti in tal modo identificare le relazioni tra una malattia e alcuni fattori culturali o ambientali, oppure variazioni tra vari gruppi in risposta allo stesso fattore.

L'epidemiologia viene usata per studiare i fenomeni normali e quelli anormali; per esempio, il ritmo della crescita umana misurato a seconda degli aumenti in altezza e in peso, la distribuzione dei gruppi sanguigni e le date di eruzione dei denti. Quest'ultimo fattore è un buon esempio della necessità di un approccio epidemiologico; risulta chiaro dall'osservazione clinica che ci sono ampie variazioni nei periodi di eruzione dei denti umani, per cui è necessaria la raccolta di dati provenienti da un largo numero di individui perché i dati risultino attendibili.

Si può dire che l'epidemiologia, come viene intesa oggi, soddisfa sei scopi:

1. fornire dati che consentono di definire i processi biologici normali.
2. la classificazione delle malattie e la determinazione della loro storia naturale.
3. lo sviluppo di ipotesi che possano spiegare i tipi di distribuzione della malattia in relazione a caratteristiche umane specifiche.
4. la sperimentazione di ipotesi, attraverso studi speciali, che mettono in relazione l'eziologia e il manifestarsi della malattia.
5. la valutazione di concetti e metodi impiegati nel controllo e nella prevenzione della malattia.
6. fornire dati sulla distribuzione della malattia per pianificare e valutare i servizi terapeutici.

L'analisi epidemiologica può valutare la prevalenza di una malattia in una popolazione, che rappresenta la manifestazione di una condizione patologica in un particolare momento. Se la manifestazione di una malattia in una popolazione viene valutata in due momenti diversi, si può determinare l'incidenza, cioè l'aumento o la diminuzione di una condizione patologica in un dato periodo. Per esempio, se in un'indagine si scopre che il 40% della popolazione di un paese è affetto da carie dentale, questa cifra descrive la prevalenza della condizione. Se in uno studio simile fatto 10 anni dopo si riscontra che il 75% ne è colpito, la differenza tra le due cifre

indica l'incidenza della carie in 10 anni. Studi di questo tipo di solito sono trasversali, cioè viene esaminato ogni volta un gruppo trasversale della popolazione, ma i soggetti non sono gli stessi. In epidemiologia dentale questi studi sono i più comuni, perché gli studi longitudinali, in cui lo stesso gruppo di soggetti viene seguito per un periodo di tempo, sono più difficili da realizzare. Gli studi trasversali sono adatti per molti scopi, ma ci si è recentemente resi conto che il modello di sviluppo della carie, cioè la sua storia naturale, può essere capito soltanto con studi longitudinali. Inoltre, valutazioni dei dati trasversali possono essere ingannevoli, a causa delle variabili ambientali introdotte in un certo periodo. Per esempio, un'indagine svolta in una comunità di Londra ha rivelato che il 12% delle persone di 33-44 anni e il 52,7% delle persone di 55-64 anni era edentulo. Sarebbe allettante, ma sbagliato, concludere che il 52,7% delle persone che oggi hanno 35-44 anni saranno edentule tra 20 anni, perché i fattori che influenzano la perdita totale dei denti non sono gli stessi per i due gruppi. La disponibilità di terapia, la dieta, i raggruppamenti socio-economici e gli atteggiamenti nei confronti della perdita dei denti possono essere del tutto diversi.

Molti studi epidemiologici hanno avuto come soggetto la carie e la malattia parodontale nelle società occidentali, in cui entrambe le condizioni hanno una prevalenza elevata. In questi casi, la misurazione della semplice presenza o assenza della condizione è di uso limitato, perché c'è una piccola differenza pratica tra una prevalenza del 95 e del 98%, per esempio. Entrambe le condizioni si manifestano con varia intensità, per cui in una situazione di elevata prevalenza, la quantificazione dell'intensità della patologia è più utile di una semplice constatazione della sua prevalenza. Si sa che il grado di intensità della patologia, come pure la prevalenza, sono strettamente legati a un numero di fattori caratteristici dell'ambiente sociale.

La carie dentale può variare notevolmente per intensità, anche in una società in cui la prevalenza è elevata. Può colpire un dente in un individuo o può colpirne trentadue; è pertanto necessaria una misurazione dell'intensità della carie. L'intensità viene misurata con un indice, definito come: "...un valore numerico che descrive lo stato relativo di una popolazione su una scala graduata, con limiti superiori e inferiori

definiti, che permette e facilita i confronti con altre popolazioni classificate con gli stessi criteri e gli stessi metodi”.

Gli indici dovrebbero essere chiari e semplici nel senso che vari esaminatori possano applicarli in modo simile e dovrebbero essere suscettibili di analisi statistica. Devono essere anche validi, cioè fornire una misurazione attendibile cosicché le differenze osservate siano vere e non dovute a errori, costanti o causali.

La sensibilità degli indici dovrebbe variare a seconda dello scopo della misurazione. Un esame clinico biennale con un agente per prevenire la carie fatto su un piccolo gruppo di soggetti richiederà un indice più sensibile di quello usato per valutare la sensibilità alla carie in una comunità. Inutile aggiungere che un indice dovrebbe sempre essere usato solo per lo scopo per cui è stato messo a punto. Il dato che un gruppo di persone che ha un indice di carie pari a 1.8 può essere molto utile se confrontato con il dato di un altro gruppo, mentre come dato statistico è inutile per valutare la qualità della malattia o le esigenze di trattamento del gruppo.

## **Indici usati nella carie dentale**

H. Trendley Dean negli anni '30 si trovò di fronte al problema di determinare la relazione tra carie e fluorosi in alcune città americane. Egli stabilì un indice per la fluorosi; per quantificare le lesioni cariose calcolò la percentuale di denti cariati in gruppi campione. Poi calcolò il numero di denti colpiti dalla carie su 100 bambini.

Oggi l'indice universalmente impiegato è il DMF, denti cariati, mancanti e otturati, introdotto da Klein, Palmer e Knutson nel 1938 mentre studiavano la distribuzione della carie dentale tra i bambini di Hagerstown, Maryland. Questo indice si basa sul presupposto che i tessuti duri del dente non sono auto-guarenti. Il dente resta cariato, oppure, se trattato, viene estratto o otturato. Il DMF è quindi un indice irreversibile, cioè misura l'esperienza totale di carie in tutta la vita. Il DMF è un indice semplice e versatile. L'esaminatore registra ogni dente come sano, cariato, otturato o mancante per carie e la somma dei denti cariati, otturati o mancanti è il DMF di quel soggetto. Il DMF di un gruppo è la media del valore di ogni soggetto esaminato.

L'indice DMF, quando viene usato senza specificare altro, si riferisce all'intero dente. In altre parole, un dente con una superficie cariate conta come un dente con tre superfici cariate. Questo indice viene spesso chiamato DMFT (T = teeth); può essere impiegato anche il DMFS (S = surface), che valuta ogni singola superficie del dente e non il dente nel suo insieme. La scelta tra i due dipende dallo scopo dello studio; il DMFS è più sensibile e di solito viene scelto nella sperimentazione clinica di un agente che previene la carie. Questo perché è più probabile scoprire l'incidenza relativa nel periodo di tempo limitato di una prova clinica. D'altra parte, un esame DMFS richiede più tempo, è più probabile che crei discrepanze nella diagnosi e può richiedere l'uso di radiografie per essere del tutto accurato. Per una precisione clinica ancora maggiore, la componente D (Decayed = carciati) può essere graduata a seconda dell'estensione dell'attacco carioso. La carie può essere classificata nel modo seguente, per esempio: a) soltanto nello smalto, b) nello smalto e nella dentina, c) con interessamento pulpare.

L'esame delle tre componenti DMF può indicare il tipo di trattamento ricevuto nella comunità e quindi fornire più informazioni del DMF totale da solo. L'indice DMF, per l'intero dente o per le sue superfici, può essere usato per registrare la prevalenza fondamentale, l'incidenza della carie e la storia naturale della malattia. Viene usato per le prove cliniche con sostanze preventive; quando diciamo che la fluorizzazione dell'acqua riduce la carie del 50% o che i collutori al fluoruro possono ridurla del 30%, basiamo queste affermazioni sull'analisi dell'indice DMF. Esso può essere usato anche per valutare l'effetto della terapia dentale sulla salute della comunità.

Come qualsiasi altro indice ha però i suoi limiti. Sono:

1. è stato sviluppato per essere usato con popolazioni occidentali e può aver bisogno di modifiche in alcuni gruppi non-occidentali.
2. può essere ingannevole negli adulti, in cui spesso i denti vengono persi per motivi diversi dalla carie, in particolare per la malattia parodontale

3. può essere ingannevole in alcuni gruppi di bambini in cui sono state fatte delle estrazioni per motivi ortodontici o in cui sono state fatte otturazioni “preventive”.
4. non c'è una distinzione tra carie iniziale o avanzata e in uno studio sull'incidenza non si può registrare la percentuale di aumento della carie, a meno che l'incide non venga modificato in modo da tener conto dei vari gradi di carie
5. i dati DMF non sono relativi al numero di denti erotti, per cui l'aumento della carie con l'età non sempre significa che l'intensità della malattia è aumentata, può semplicemente voler dire che ci sono più denti a rischio.

# **I PARTE**

## **PROPRIETA' MECCANICHE DEI MATERIALI DENTARI**

### **Generalità**

I materiali dentari per il restauro dentale devono svolgere il loro servizio in un ambiente molto ostile, esposti alle insidie chimico – fisiche del cavo orale. L'impossibilità di individuare un test di laboratorio veramente predittivo della prestazione clinica in tempi lunghi testimonia delle complesse interazioni fisico-chimiche-meccaniche in gioco nella conservazione delle strutture resinose in bocca (Asmussen, 1982, Jorgensen, 1980, Leinfelder et al, 1975).

I parametri meno ostici e più frequentemente misurati in laboratorio riguardano la resistenza alla compressione, la resistenza alla trazione, la durezza, il carico di rottura, la resistenza all'usura in vitro.

I cementi dentali provvedono al legame tra il restauro e il substrato dentale. I vecchi restauri in oro erano ritenuti nelle cavità attraverso ritenzione micromeccanica e frizione fornite dai cementi tradizionali. Nei restauri adesivi si utilizzano esclusivamente cementi che garantiscono una buona adesione sia con i substrati dentali che con i materiali utilizzati per la realizzazione dei restauri.

### **Cementi resinosi**

I cementi resinosi o compositi nascono dalla necessità di poter controllare l'indurimento del materiale e di sfruttare al meglio i vantaggi offerti dalle resine composite. Numerosi sono i prodotti entrati in commercio, la maggior parte dei quali possiede una storia clinica ben documentata. Alcuni studi in vitro hanno dimostrato le migliori performance all'adattamento marginale e alla

microinfiltrazione dei cementi resinosi rispetto ai cementi allo zinco-fosfato, ai vetroionomerici, ai vetroionomerici modificati con resina e ai compomeri.

I cementi compositi tradizionali prevedono l'impiego di un sistema adesivo a carico del substrato dentale e un'adeguata preparazione della superficie del restauro con la quale dovranno interagire. Essi non sono altro che resine composite di tipo auto e foto polimerizzabile.

Un cemento resinoso contiene generalmente le tre seguenti fasi:

- fase organica: matrice organica o di resina base costituita dal monomero di Bowen o da un suo derivato (BIS-GMA).
- Fase dispersa: riempitivo (filler) inorganico minerale
- Fase interfacciale: le qualità fisico-meccaniche dei materiali compositi si realizzano in buona parte per il trasferimento degli stress masticatori dalla matrice polimerica alla fase dispersa (riempitivo)

Quando il cemento è sollecitato, la fase organica, più duttile, trasmette le tensioni al riempitivo che, essendo invece rigido, si oppone alle deformazioni. Il legame è meccanico quando vengono usati filler semiporosi in cui la matrice fluisce al loro interno ancorandosi, oppure di tipo chimico nel caso in cui i silani, sostanze chimiche bi funzionali, ricoprono la loro superficie.

Tali materiali induriscono attraverso una reazione di addizione radicalica tipica dei materiali compositi dei quali condividono la composizione chimica. La reazione richiede la presenza di un iniziatore (fase di iniziazione), un composto contenente un legame relativamente debole che, per reazioni a catena che portano alla polimerizzazione del materiale.

## **Proprietà meccaniche dei cementi resinosi**

Le proprietà meccaniche dei cementi resinosi comprendono: resistenza alla flessione, resistenza all'usura, durezza.

## **Resistenza alla flessione**

La resistenza alla flessione è la capacità di un materiale di resistere a una deformazione elastica. Dalla sua valutazione in vitro, effettuata mediante il “three point bending” secondo lo standard ISO4049, è possibile calcolare il modulo di elasticità del materiale. Il modulo di flessione indica la capacità del cemento di resistere a una deformazione elastica ed è collegato alla trasmissione degli stress tra il dente e la ricostruzione. Teoricamente un cemento resinoso dovrebbe possedere un modulo di flessione intermedio tra quello della dentina e quello della ceramica o del composito. I cementi duali sono stati creati per unire i vantaggi di un cemento foto polimerizzabile a quelli di un cemento polimerizzabile chimicamente. Ciò consentirebbe anche a quelle zone non direttamente esposte alla luce della lampada di polimerizzazione autonomamente. Diversi studi hanno valutato la resistenza alla flessione dei cementi duali in condizioni limite in cui il materiale viene lasciato indurire affidandosi esclusivamente a uno solo dei due sistemi iniziatori. I valori ottenuti dagli studi non sono paragonabili tra loro a causa di piccole differenze nell'apparecchiatura di misurazione, ma da tali lavori si può trarre la conclusione che la resistenza alla flessione dipende fino a un certo punto non solo dal riempitivo ma anche dal grado di conversione del materiale e che ogni cemento duale presenta due sistemi di attivazione con caratteristiche uniche. È anche interessante conoscere e valutare la forza di reazione del materiale e tutte le caratteristiche delle strutture resinose a essa connesse. Per un materiale da restauro, come la resina, è fondamentale conoscere approfonditamente qual è la relazione tra l'applicazione di uno stress e la relativa deformazione. Ciò consente, infatti, di ipotizzare il comportamento del materiale in una condizione clinica durante la quale viene ciclicamente sottoposto alle forze masticatorie e contemporaneamente al residuo stress da contrazione che non è stato compensato dalla compliance del substrato.

## **Resistenza all'usura**

La resistenza all'usura dei cementi resinosi è stata correlata in diversi studi clinici alla sopravvivenza a lungo termine degli intarsi in ceramica. Da questi studi è possibile ipotizzare come una scarsa resistenza conduca alla formazione nel sottile strato di cemento di piccole depressioni e avvallamenti meccanicamente rilevanti e in grado di portare a microfratture nella dentina e nello smalto circostante.

La resistenza all'usura è una caratteristica del materiale di difficile e complessa misurazione in condizioni sperimentali, poiché i fattori implicati nella sua determinazione sono numerosi. Per la misurazione dell'usura dei materiali sono stati impiegati diversi strumenti, in particolare l'apparecchiatura più frequentemente impiegata è stata il three – body wear test. Il grado di usura che questa macchina determina a carico del campione viene valutato mediante osservazione al microscopio o attraverso metodiche laser. In ogni caso gli Autori, in generale, sottolineano la difficoltà di valutare i risultati dei test in relazione alla loro applicazione clinica.

Shinkai e collaboratori hanno testato diversi cementi resinosi duali per verificare l'esistenza di una correlazione tra dimensioni del filler e resistenza all'usura. In base ai loro test, la maggiore resistenza è stata riscontrata nei cementi micro riempiti e può essere spiegata in questo modo: in un cemento la presenza di particelle di grandi dimensioni comporta un trasferimento dei carichi applicati all'interno della matrice resinosa portando alla successiva perdita per esfoliazione. Ciò si manifesta al SEM sotto forma di difetti crateriformi con zone di rilievo e depressione. Gli Autori considerano quindi come ottimale un particolato delle dimensioni di 1-1,5  $\mu\text{m}$ .

Un'altra ricerca condotta da Anne Peutzfeldt ha mirato a evidenziare una correlazione tra la concentrazione del filler e la resistenza all'usura. I risultati dello studio indicano una correlazione diretta statisticamente significativa tra la concentrazione del filler e la resistenza all'usura. Inoltre la polimerizzazione del cemento duale ha un effetto determinante nel migliorare la resistenza del materiale nei confronti dell'usura. È possibile concludere, quindi, affermando che è stata osservata una diretta correlazione tra la concentrazione del filler, il grado di conversione e la resistenza

all'usura. Ciò farebbe propendere per l'impiego di un cemento fortemente caricato; bisogna però tenere in considerazione che l'aumento del riempitivo comporta un incremento della viscosità del materiale e ciò richiede clinicamente l'impiego di tecniche a ultrasuoni per l'alloggiamento dell'intarsio.

## **Durezza**

La durezza dei materiali è una proprietà convenzionale, pertanto la sua definizione non è unica, ma dipende dalla modalità impiegata per la misurazione. In generale è possibile definire la durezza come la resistenza che un materiale oppone alla sua penetrazione. Le prove vengono condotte mediante l'impiego di durometri; quelle più note sono generalmente di micro durezza Vickers e Knoop. Ogni materiale possiede una propria durezza. Se ad esempio attraverso il test di Knoop si calcolasse la durezza dello smalto e della dentina otterremmo rispettivamente i valori di 340-390 e 68-75. La durezza invece di un materiale composito si aggira intorno a 30, mentre quella di un materiale ceramico è estremamente elevata: intorno a 600 a seconda del tipo di ceramica.

Il cemento resinoso che si trova tra il materiale da ricostruzione, composito o ceramica, e i tessuti dentali deve fungere da interfaccia e possedere proprietà intermedie in modo da rendere compatibili anche meccanicamente i due substrati.

## **Fattori che influenzano le proprietà meccaniche**

I fattori che influenzano le proprietà meccaniche sono: il grado e la velocità di conversione, la composizione chimica della resina e il filler.

## **Grado e velocità di conversione**

Il grado e la velocità di conversione di una resina possono portare delle alterazioni delle sue proprietà meccaniche. Secondo lo studio di Lowell e collaboratori del 2001 le proprietà meccaniche del materiale sono indipendenti dalla temperatura di polimerizzazione e dalla velocità di conversione e dipendono invece dal solo grado di

conversione. La velocità di conversione cambia significativamente con l'intensità. Aumentando la velocità di conversione incrementando l'intensità luminosa si ha come effetto che ogni radicale generato consuma un piccolo numero di gruppi vinilici e la lunghezza delle catene polimeriche diminuisce. Diminuire la lunghezza delle catene polimeriche significa ottenere polimeri con un basso peso molecolare che possono interferire con la struttura di network polimerico. Tuttavia, in realtà, ciò non ha alcun effetto sulle proprietà meccaniche del materiale, sempre che sia stato raggiunto il medesimo grado di conversione. Aumentando la temperatura di polimerizzazione aumenta decisamente anche la velocità di conversione a causa di un incremento di mobilità delle specie reagenti e così viene aumentato a sua volta il grado di conversione finale. Tuttavia, se viene raggiunto il medesimo grado di conversione, le proprietà meccaniche risultano indipendenti dalla temperatura di polimerizzazione. Il grado di conversione, come dimostrato da Asmussen e Peutzfeldt, non è correlato in modo positivo con tutte le proprietà meccaniche e in particolare con la resistenza alla flessione. Questa considerazione viene successivamente ripresa, in un articolo del 2007, anche da Braga e collaboratori, i quali testando diversi cementi duali, evidenziano come le differenze osservate nei risultati del di Knoop non corrispondano ad altrettante variazioni nei test di resistenza alla flessione. Secondo Ferracane e Greener è possibile che esista una qualità minima del network polimerico che deve essere raggiunta. Oltre questo livello, la resistenza diviene indipendente dal grado di conversione. I cementi duali sono stati introdotti per unire le caratteristiche favorevoli dei cementi self e di quelli light, creando così un nuovo materiale in grado di polimerizzare rapidamente a comando e di raggiungere un grado di conversione sufficiente anche in quelle zone non raggiunte dalla luce ultravioletta.

## Composizione chimica della resina

La matrice polimerica più usata è quella che si ottiene dalla polimerizzazione del monomero di Bowen (scoperto nel 1956) spesso indicato con la sigla BIS-GMA, il cui nome completo è: bisfenolo-A-glicidildimetacrilato; 2,2-bis-[4-(2-hydroxy-3-methacrylyloxypropoxy)phenyl] propane.

Il BIS-GMA è un monomero, di peso molecolare molto maggiore rispetto a quello dell'acrilato di metile componente delle resine acriliche, che si presenta come un liquido di consistenza viscosa simile al miele. Alle due estremità della sua molecola sono presenti due residui di metacrilato che permettono la polimerizzazione radicalica tipica di tutte le resine acriliche. Date le dimensioni della molecola, la contrazione risulta minore di quella delle molecole di semplice acrilato di metile. Nel processo di polimerizzazione che porta alla formazione della matrice polimerica viene coinvolto anche il legante che, ha una estremità libera costituita da un residuo di metacrilato capace di inserirsi nella reazione di polimerizzazione a catena.

Nell'indurimento, effettuato nella cavità dentaria, si forma così una massa unica che si contrae molto meno delle resine di prima generazione, in quanto la contrazione da polimerizzazione riguarda solo la parte organica e non interessa il riempitivo inorganico. L'alta viscosità del BIS-GMA richiede in alcuni casi l'aggiunta di monomeri di di metacrilato di più basso peso molecolare per raggiungere una viscosità adatta all'incorporazione del riempitivo. I monomeri più frequentemente impiegati come diluenti sono rappresentati dall'etilenglicole di metacrilato (EGDMA) e dal trietilenglicole di metacrilato (TEGDMA). Grazie a una favorevole stereochimica, le lunghe catene flessibili di dimetacrilatiglicoli come quelle di EGDMA e TEGDMA, presentano un elevato grado di conversione dei doppi legami del metacrilato. In confronto a EGDMA e TEGDMA, il BIS-GMA è decisamente più rigido. Sembra però che il grado di conversione dei compositi contenenti BIS-GMA e TEGDMA diminuisca all'aumentare della concentrazione del BIS-GMA. Tuttavia, nonostante la riduzione del grado di conversione, proprietà come la durezza e la resistenza non sembrano esserne influenzate. Questa mancanza di correlazione

sembra potersi attribuire al fatto che il flessibile monomero TEGDMA prenda il posto del più rigido BIS-GMA all'interno della reazione di polimerizzazione. Altri tipi di compositi contengono sostanze sempre di natura acrilica aventi però una molecola con al centro un gruppo funzionale uretanico. Tale composto prende il nome di uretanodimetacrilato (UEDMA), la cui formula chimica è: 1,6-bis (methacrylyloxy-2-ethoxycarbonylamino)-2,4,4-trimethylhexane.

Questo monomero è stato impiegato da solo o in combinazione con altri monomeri come BIS-GMA e TEGDMA. Il vantaggio riportato dall'uso di questo monomero è principalmente la sua bassa viscosità che dal punto di vista chimico si sviluppa con una maggiore flessibilità dei legami, che si traduce in un aumento della resistenza del composito finale. Evidenze sperimentali dimostrano che le resine composite basate sull'UEDMA dimostrano un miglioramento delle proprietà meccaniche se comparate a quelle basate sul BIS-GMA. I diversi monomeri impiegati nella formulazione dei materiali compositi, seppur appartenenti alla medesima famiglia delle resine acriliche, presentano differenze evidenti dal punto di vista chimico che possono ripercuotersi anche sul materiale finale. A causa della estrema complessità della formulazione di un materiale composito, per valutarne le proprietà meccaniche in relazione al tipo di monomero che lo costituisce è necessario creare delle condizioni in cui tutti gli altri componenti rimangano alle medesime concentrazioni e sia solo il monomero a variare. Questo perché le proprietà dipendono da diversi fattori, come la matrice polimerica, il riempitivo ma anche la sostanza legante. Da diversi lavori sperimentali è possibile osservare come la resistenza alla rottura (MPa) vari a seconda delle diverse concentrazioni di tre monomeri diversi (TEGDMA, UEDMA e BIS-GMA). Si osserva che la resistenza alla rottura aumenta quando il BIS-GMA o il TEGDMA sono sostituiti dall'UEDMA e quando il BIS-GMA è sostituito dal TEGDMA. Questi risultati possono essere in parte spiegati attraverso il grado di conversione della matrice polimerica. Il grado di conversione dei doppi legami dei monomeri che formano la matrice polimerica, infatti, aumenta all'aumentare della concentrazione dei monomeri flessibili. Per quanto riguarda invece la sostituzione del

TEGDMA con l'UEDMA, si ipotizza che l'aumento della resistenza alla rottura sia da attribuirsi alla capacità dell'uretano di formare legami idrogeno con il copolimero, il che risulta in una minore possibilità di scivolamento l'uno rispetto all'altro tra i segmenti di polimero. Invece per il rapporto che i tre monomeri esibiscono nei confronti della resistenza alla flessione (MPa), si può verificare che la resistenza del materiale aumenta quando il TEGDMA e il BIS-GMA vengono sostituiti dall'UEDMA, in accordo con quanto osservato per la resistenza alla trazione. La sostituzione del BIS-GMA con il TEGDMA porta invece a una riduzione della resistenza alla flessione. Questo non è semplice da spiegare, dato che, come osservato precedentemente, un aumento del grado di conversione si verifica all'aumentare delle concentrazioni di TEGDMA. Ciò deve significare che il grado di conversione non è positivamente correlato con tutte le proprietà meccaniche. Inoltre è possibile notare un moderato incremento del modulo di elasticità quando il BIS-GMA viene sostituito dal TEGDMA, quando quest'ultimo è in basse concentrazioni grazie a un aumento del grado di conversione, mentre per alte quantità di TEGDMA è possibile rilevare una diminuzione della durezza della resina. Se ne osserva invece una netta diminuzione quando i monomeri vengono sostituiti con l'UEDMA. Ogni tipo di resina composita presenta proprietà meccaniche differenti e per tale ragione, essa trova il suo razionale di impiego solo in determinate circostanze. Indubbiamente un materiale in alcuni casi deve essere duro e resistente, in altri la flessibilità diventa un fattore irrinunciabile. La presenza, ad esempio, di monomeri come l'UEDMA e il TEGDMA in concentrazioni di 70% mol e 30 % mol e 0% mol di BIS-GMA garantirebbe una resina di elevate prestazioni meccaniche in termini di durezza che si aggirerebbe intorno agli 8 GPa. Mentre un differente dosaggio monometrico come 50% mol TEGDMA, 50% mol BIS-GMA e 0% mol UEDMA porterebbe a un ulteriore incremento del modulo di elasticità raggiungendo i 10 GPa. Come è stato dimostrato attraverso un dosaggio scrupoloso dei monomeri che costituiranno il network polimerico del futuro materiale composito, è possibile diversificare le proprietà meccaniche dei materiali in base alle necessità cliniche.

## **Il filler**

Il filler, o riempitivo, rappresenta un componente fondamentale di ogni resina composita, costituendone una percentuale in peso variabile a seconda dell'azienda produttrice. I cementi resinosi sono in generale dei materiali con elevata concentrazione di filler, variabile dal 65 al 78% con una dimensione del particolato intorno agli 1-3  $\mu\text{m}$ . Come dimostrato da Kyo-Han e Ong, la morfologia del filler influenza la concentrazione che a sua volta si riflette sulle proprietà meccaniche. In particolare hanno osservato che nei compositi costituiti da particelle prepolimerizzate con dimensioni comprese tra 5 e 30  $\mu\text{m}$  e piccole particelle sferiche da 50-100 nm, la concentrazione del riempitivo tra il filler e la matrice resinosa era di  $68,55 \pm 0,01 \text{ Wt}\%$  e  $51,115 \pm 0,01 \%$  (KIM, 2002). Per quelli costituiti da particelle irregolari con dimensioni variabili ma comprese tra gli 1-2  $\mu\text{m}$ , con un massimo per alcuni compositi di 5 e un minimo per altri di 2, il filler si aggirava intorno ai  $74,055 \pm 0,03 \text{ Wt}\%$  e  $57,875 \pm 0,03 \%$ . Per formulazioni caratterizzate da una miscela di particelle prepolimerizzate e di particelle irregolari, che presentano rispettivamente dimensioni comprese tra 5-30  $\mu\text{m}$  e 3-5  $\mu\text{m}$ , le concentrazioni erano irregolari  $76,885 \pm 0,07 \text{ Wt} \%$  e  $57,795 \pm 0,03\%$ . Da ultimo alcuni compositi presentano delle particelle arrotondate, come ad esempio lo Z100, e presentavano dimensioni di 1-2  $\mu\text{m}$  con concentrazioni di  $81,075 \pm 0,02 \text{ Wt}\%$  e  $60,245 \pm 0,01 \%$ . Come è possibile osservare, le concentrazioni sia percentuali che in peso sono quelle che caratterizzano i compositi costituiti da particelle arrotondate, generalmente di forma sferica. Proprietà meccaniche, come la resistenza alla flessione, il modulo di flessione, la durezza e la resistenza alla frattura, sono direttamente correlate con tali valori. In particolare, all'aumentare della concentrazione del riempitivo aumentano la resistenza alla flessione, il modulo di flessione, la durezza, mentre la resistenza alla frattura presenta un andamento differente. La massima resistenza alla frattura è stata determinata, infatti, con una concentrazione di riempitivo del 55%. È stato suggerito che l'aumento della concentrazione del filler oltre il valore soglia comporta un aumento dei crack superficiali con corrispondente aumento della fragilità del

materiale. È stato inoltre ipotizzato che la matrice resinosa intorno al riempitivo vada incontro a una deformazione plastica in seguito alla espansione del crack. Il filler è quindi un componente importante non solo nella sua concentrazione ma anche come dimensione media delle particelle nella determinazione delle proprietà meccaniche.

## **II PARTE**

### **PROPRIETA' MECCANICHE DEI COMPOSITI**

#### **Generalità**

I compositi mostrano di possedere in certa misura proprietà visco-elastiche, i test meccanici di laboratorio più affidabili sono quelli che rilevano le curve di deformazione tempo-dipendenti (Cock and Watts, 1985).

Le forze che agiscono sui restauri in bocca sono intermittenti e in genere la frattura non è mai causata da un unico stress (escludendo l'evento traumatico). Il cedimento del materiale durante la normale attività funzionale e parafunzionale è la risultante della somma di piccole deformazioni (microfratture del riempitivo, cedimento del legame matrice-riempitivo) che diventano permanenti quando lo stress supera il limite elastico e la deformazione stessa non viene recuperata negli intervalli liberi dal carico (Pilliar et al, 1983;Roberts et al, 1977).

#### **Modulo di Elasticità o Modulo di Young**

È una proprietà che assume particolare interesse nella valutazione dei compositi da impiegare nelle aree di forte stress.

Infatti il modulo E rappresenta la rigidità relativa del materiale nell'ambito del campo elastico. Si calcola con l'equazione:

$$E = \frac{\text{Forza (stress)}}{\text{Deformazione}}$$

Le qualità elastiche sono di fondamentale importanza per un materiale e sono determinate dalle forze intermolecolari. Più forte è l'attrazione fra le molecole e maggiore è il valore del modulo elastico.

La rigidità di un materiale da otturazione rappresenta una proprietà rilevante nella situazione clinica. È infatti un requisito essenziale che anche sotto gli stress occlusali venga conservato un buon adattamento fra l'otturazione e le pareti della cavità.

I materiali con basso valore di E si deformano maggiormente alle forze occlusali.

Questa deformazione oltre alle ripercussioni negative sul restauro e sulle strutture dentali, può aumentare il rischio di infiltrazione.

Allorché il modulo E di un dato composito si avvicina, in certa misura, a quello dello smalto o della dentina, la formazione di fessure sarà minima per un dato stress.

Il Modulo E rappresenta la inclinazione della porzione rettilinea (proporzionalità fra stress e deformazione) della curva stress/deformazione.

Alla determinazione del modulo E di un composito concorrono:

- La matrice organica (Secondo alcuni autori ha un ruolo fondamentale Boyer et al., 1982; Dennison and Craig, 1972);
- Il contenuto in riempitivo (vol %). Contribuisce ad aumentare la rigidità del materiale (il riempitivo ha un modulo E più elevato della matrice);
- Il legame matrice-riempitivo. A seconda della forza con cui tiene unite le fasi influisce sul modulo E del composito.

Con gli attuali materiali e tecniche non è possibile ottenere una adeguata distribuzione delle particelle con carico oltre il 70 – 75 % (vol).

Con particelle di riempitivo a forma di scaglie si potrebbe superare questo limite di "impaccamento" ma sorgerebbero problemi dovuti alla concentrazione degli stress.

Il metodo ideale per migliorare il modulo di elasticità dei compositi sembra essere quello di produrre una matrice a modulo più alto di quelle impiegate attualmente.

Tutti gli interventi che portano ad un aumento dei legami crociati nella matrice (alta T di polimerizzazione, aumento dell'estensione di polimerizzazione),

determinano un innalzamento del modulo E. più del valore assoluto è interessante valutare il comportamento del modulo E durante la polimerizzazione.

Dopo 10 minuti dall'attivazione solo una piccola frazione del valore finale viene raggiunta dai compositi aut polimerizzati, mentre nei foto polimerizzati la crescita è più rapida ma comunque insufficiente. Questo dato ci deve suggerire prudenza nelle manovre di rifinitura immediata e cautela da parte del paziente nelle prime ore. Anche il tempo di irraggiamento ha una notevole ripercussione sul valore finale del modulo E per i compositi foto polimerizzati.

## **Creep test**

Numerosi autori hanno analizzato il comportamento meccanico dei materiali dentali resinosi sottoponendoli al test del creep (Jorgensen et al., 1976; Ruyter, 1980, 1982; Papadogianis et al., 1984; Mueller et al., 1984; Ferracane et al., 1985; Anderlini, 1987).

Per la prova del creep i campioni del materiale da testare sono sottoposti ad un carico compressivo costante inferiore al carico di cedimento (nell'ambito del limite proporzionale elastico). La deformazione che si produce è definita "creep".

In una ricerca (Ferracane et al., 1985), i campioni di composito sono stati sottoposti allo stress compressivo di 36 MPa a 37°C. Le misurazioni delle variazioni dimensionali a vari intervalli fino alle 24 ore. È emerso un fattore  $\sigma_{YS}$ . Esso è uno stress che induce nel materiale una deviazione dal rapporto proporzionale. Per la valutazione di  $\sigma_{YS}$  ai campioni è stato applicato un carico compressivo crescente fino alla frattura. La misurazione del valore è stata fatta quando si instaurava una deformazione permanente di 0,2%. Gli Autori concludono che il test della resistenza alla compressione non rappresenta un criterio sufficientemente rappresentativo nella comparazione fra i sistemi resinosi, perché la deformazione prodotta nei compositi, prima che sopravvenga la frattura compressiva, non è completamente recuperabile dal materiale stesso e si manifesta

microscopicamente con microfratture a carico del riempitivo e cedimento del legame con la matrice.

Questa deformazione permanente è considerevole per i compositi micro riempiti e appare evidente anche in seguito all'applicazione del modesto carico usato per il test del creep. Ci può spiegare il comportamento clinico dei compositi micro riempiti qualora vengano impiegati in zone di forte sollecitazione, quali il ripristino della guida incisiva nelle IV classi e nelle fratture. L'alterazione della microstruttura che si instaura in seguito all'accumularsi degli stress può portare al cedimento del restauro che si osserva nella pratica clinica (frattura da fatica). In generale i parametri meccanici testati sono risultati significativamente dipendenti dal contenuto di riempitivo in percentuale di volume oltre che dal tipo di monomero e di riempitivo nella formulazione del composito.

## **FATICA**

Ogni materiale sottoposto ad uno stress che produce una deformazione nell'ambito del limite elastico dovrebbe ritornare alla forma originale senza alterazione nelle proprietà e nella struttura interna una volta cessata la sollecitazione.

È però osservazione comune che l'azione di piccoli stress che ripetono un numero elevatissimo di volte può portare ad una drastica diminuzione della resistenza fino a determinare la frattura del materiale. Questo fenomeno viene definito "frattura da fatica". Per le premesse fatte all'inizio appare chiara l'importanza del ruolo che può assumere questo fenomeno per i materiali dentari.

Draugh (1981) ha determinato che un composito caricato con 45% in volume di riempitivo al quarzo aveva la maggior resistenza alla fatica di tutti gli altri materiali con maggior concentrazione di riempitivo.

Asmussen and Jorgensen (1982), hanno ottenuto risultati che indicano una vita lunga per i compositi micro riempiti sotto l'azione di stress ciclici di bassa frequenza. Le condizioni ambientali incidono molto sul comportamento dei

compositi sottoposti agli stress ripetuti. In presenza di acqua i materiali riempiti con vetro mostrano una elevata velocità di propagazione delle microfratture ed una resistenza alla fatica minore dei compositi al quarzo (Draughtn, 1979, 1984).

## **Usura**

Si può definire come distacco si può definire come distacco di materiale solido da una superficie per effetto di un'azione meccanica. Sono stati teorizzati 5 meccanismi alla base della perdita di sostanza (O'Brien and Yee, 1980):

- Usura preferenziale della matrice alla superficie del composito. È favorita dai difetti della polimerizzazione);
- Perdita delle particelle per frattura adesiva favorita da un debole legame matrice-riempitivo;
- Frattura coesiva in seno alla matrice. La qualità della polimerizzazione e dei componenti organici influiscono in modo determinante. Nelle zone di stress l'insorgenza di fenomeni di fatica e di degradazione idrolitica promuovono la formazione e la propagazione delle microfratture;
- Esposizione delle porosità che determinano la comparsa di ulteriori difetti alla superficie del materiale (le pareti delle bolle presentano una cattiva qualità di polimerizzazione).

Una delle ricerche più interessanti sull'usura in vivo è stata condotta da Lambrechts, Braem and Vanherle (1985, 1987).

Questi Autori introducono una suddivisione del concetto generale di usura:

- Attrito – perdita di sostanza con la formazione di faccetta quale risultato del frizionamento con il dente antagonista in contatto centrico;
- Abrasione – perdita di sostanza causata dalle procedure di igiene orale o dalla masticazione del cibo, al di fuori del contatto diretto con il dente antagonista.

Per una valutazione quantitativa della perdita di materiale è necessario misurare sia l'attrito che l'abrasione data la differenza significativa che si riscontra fra i due

processi di usura. La valutazione dell'attrito riflette meglio la resistenza all'usura dei differenti materiali perché il contatto diretto con l'antagonista in centrica implica probabilmente l'intervento di tutti i fenomeni di deterioramento (oltre all'attrito, la corrosione da stress, la fatica, ecc).

I risultati delle ricerche hanno confermato il cattivo comportamento del composito tradizionale sia all'attrito che all'abrasione. Il composito micro riempito ha mostrato una resistenza all'abrasione molto buona paragonabile a quella del composito ibrido e dell'amalgama.

Il composito ibrido ha fornito la miglior resistenza all'attrito e all'usura generale. Il fallimento dei restauri in composito micro riempito è avvenuto per fratture di ampie porzioni di materiale. In questi casi l'incidenza della fatica in seguito agli stress ciclici è il fattore più importante nella resistenza all'usura.

Appare ragionevole impiegare, per le zone di forte stress, dei compositi che si deformino poco sotto carico, con un elevato modulo di elasticità (Lambrechts et al., 1987). L'impiego di filler più duri può determinare un incremento della resistenza all'usura ma se la differenza nel modulo E fra le particelle e la resina è troppo alta si verifica un forte gradiente di stress all'interfacie matrice-riempito. In questa condizione la resistenza all'usura diminuirebbe drasticamente.

## **Contrazione da polimerizzazione**

La contrazione da polimerizzazione può rappresentare uno dei fattori critici che determinano la longevità delle restaurazioni composite (Bausch et al., 1982).

Gli effetti che queste forze producono non sono condivisi da tutti i ricercatori. Secondo alcuni vi è la possibilità di controbilanciare la contrazione della massa di composito con l'uso di adesivi smalto-dentinali (Davidson and De Gee, 1984; Jesen and Chan, 1985). Altri negano la possibilità di una adesione efficace alle pareti della cavità ed in conseguenza della polimerizzazione si ha sempre la formazione di una micro fessura.

Gli stress della contrazione possono provocare anche microfratture dello smalto dove l'ancoraggio è molto forte (Asmussen and Jorgensen, 1972; Asmussen, 1974, 1975; Jorgensen et al., 1975; Lutz et al., 1976).

L'assorbimento di acqua può compensare la contrazione da polimerizzazione ma la condizione ideale si realizzerebbe con un composito che presentasse piccole o nulle variazioni dimensionali (Bowen et al., 1982).

L'aggiunta di riempitivo riduce la retrazione totale del composito, ma la contrazione da polimerizzazione della matrice induce la formazione di stress circolari e radiali attorno alle particelle di riempitivo. Questi stress tensivi aumentano e raggiungono livelli elevati attorno al filler con l'incremento del contenuto di riempitivo.

## **Porosità**

È presente in tutti i compositi e varia da 0,3 a 8,4 % (Godfredsen et al., 1983; Roulet et al., 1983). I compositi fotopolimerizzabili notoriamente presentano una bassa percentuale di porosità perché non devono essere mescolati. Nell'ambito dei materiali auto polimerizzabili i compositi a micro particelle hanno più porosità (Braem et al., 1984). È importante sottolineare che lo strato superficiale delle pareti delle bolle presenta una residua insaturazione a causa dell'inibizione della polimerizzazione operata dall'O<sub>2</sub> presente all'interno delle bolle stesse. Quando l'area di sviluppo di tutte le porosità è grande può contribuire ad indebolire notevolmente le qualità fisico-meccaniche del composito.

## **Viscosità**

La viscosità costituisce la grandezza fisica atta a misurare l'attrito interno di un liquido ed è un parametro che ha una ripercussione clinica diretta sulla manipolazione. Uno dei limiti all'aggiunta di riempitivo è determinato dall'aumento esponenziale della viscosità del prodotto che pone dei limiti importanti di manipolazione all'operatore.

## **Assorbimento d'acqua**

Inizia dopo 4-6 ore dall'esecuzione del restauro. Determina una espansione volumetrica di 0.36 – 3.1%. per la maggioranza dei prodotti, l'assorbimento d'acqua compensa solo una parte della contrazione da polimerizzazione. La via di penetrazione principale delle molecole d'H<sub>2</sub>O è attraverso la rete polimerica della resina matrice. Un aumento della saturazione nella matrice, quindi, può diminuire l'assorbimento. L'assorbimento non è un fenomeno desiderabile perché l'acqua si comporta come agente elasticizzante, induce corrosione da stress e idrolisi del legame matrice-riempitivo. Inoltre, i difetti e/o l'iniziale distruzione del legame silanico determinano un ulteriore assorbimento d'acqua per effetto capillare. La conseguente degradazione idrolitica del legame, l'aumento della pressione, delle tensioni interne e della corrosione, provocano il decadimento delle proprietà meccaniche del composito.

## **Idrofilia**

Viene determinata dalla bagnabilità. La tendenza di un liquido a bagnare una superficie solida viene normalmente misurata attraverso l'angolo di contatto. Quando l'angolo di contatto ( $\theta$ ) di una goccia d'acqua su un dato materiale è inferiore a 90°, può essere classificato come solido idrofilico. Dal momento che sia lo smalto che il composito mostrano una certa idrofilia, ci si può aspettare che i fluidi orali penetrino in ogni fessura che si apre fra questi due materiali. Viene così promossa l'infiltrazione marginale e la pigmentazione. Per queste ed altre ragioni viste sopra è preferibile produrre delle resine idrofobe.

## **Il ruolo del legame matrice – riempitivo**

Sono state condotte alcune interessanti esperienze che potrebbero chiarire, in quale modo ed in che misura, il riempitivo ed il suo legame con la matrice influenzano alcune proprietà dei compositi.

Gli interventi per aumentare il carico di riempitivo al fine di migliorare le caratteristiche meccaniche dei compositi, possono essere vanificati se si verifica il cedimento del legame matrice – riempitivo. In seguito a questo evento le proprietà dei compositi altamente caricati deteriorano più rapidamente rispetto ai compositi micro riempiti. Ciò può spiegare la maggior resistenza all'usura per i compositi a basso carico di riempitivo, riscontrata in alcuni studi clinici (Jorgensen et al., 1979; Christensen and Christensen, 1982). Inoltre la contrazione da polimerizzazione produce stress tensivi orientati parallelamente alla superficie delle particelle. Queste tensioni aumentano con il contenuto di riempivo.

Il primo meccanismo da considerare nel processo di usura ed in quello generale di deterioramento è il cedimento di questo legame che può avvenire a livello della:

- Superficie del filler; interfacce filler-silano; interfacce silano-resina matrice.

Le cause del cedimento sono svariate:

- Sollecitazioni meccaniche; incompatibilità fra i diversi materiali durante la polimerizzazione (genera tensioni); azione delle sostanze chimiche presenti nell'ambiente orale, specialmente fenomeni idrolitici.

## **Meccanismi di polimerizzazione**

**Polimerizzazione della matrice.** È una reazione a catena che dà luogo, partendo dal monomero, a un complesso macromolecolare.

Il monomero BIS-GMA è caratterizzato da due doppi legami  $C = C$  situati ciascuno a una estremità della molecola (facenti parte cioè dei gruppi metacrilati). Tali doppi legami determinano un'aggregazione dei monomeri per addizione attraverso un meccanismo di polimerizzazione radicalica. Affinché inizi la polimerizzazione c'è dunque bisogno di radicali liberi e perché questi si producano è necessaria la presenza di una sostanza detta iniziatore, dalla quale sono ottenuti per decomposizione. Formatisi, essi provocano l'apertura dei doppi legami  $C = C$  nei gruppi metacrilati del monomero; si innesca così una reazione a catena che porta alla formazione di un polimero ad alto peso molecolare con una

struttura reticolata tridimensionale. L'iniziatore ha però a sua volta bisogno di essere attivato, cioè decomposto, grazie all'azione di un attivatore o acceleratore.

## **Adesione**

La ricerca di sistemi di restauro sempre più conservativi ed estetici ha subito un significativo impulso quando nel 1955 Buonocore ha introdotto la rivoluzionaria idea di "legare" l'otturazione direttamente al tessuto dentario per mezzo della micro ritenzione ottenuta dal pretrattamento dello smalto con un acido debole; questo consentiva per la prima volta il disegno di cavità effettivamente conservative riducendo in maniera drastica il sacrificio di tessuto sano, inevitabile nella preparazione di restauro per il miglior controllo della microinfiltrazione a livello del confine fra cavità e superficie. La dentina è stata invece per lungo tempo un ostacolo al conseguimento dell'adesione a causa di alcune sue caratteristiche quali la struttura eterogenea, la vitalità, l'umidità della superficie dovuta all'architettura tubulare, che rendono difficile il legame fra una sostanza dalle caratteristiche idrofobiche come una resina e una superficie idrofila. Per ottenere l'adesione con un adesivo liquido è necessario che questo entri in stretto contatto con il substrato ovvero sia in grado di distendersi in un sottile film e di "bagnare" la superficie dell'aderendo, nel nostro caso smalto e dentina. Questa qualità importante perché per attivare i legami chimici o elettrostatici le molecole coinvolte devono avvicinarsi a distanze dell'ordine di alcuni angstrom, può essere misurata dall'angolo di contatto di una goccia del liquido sulla superficie dell'aderendo: minore è l'angolo di contatto (al limite tendente a  $0^\circ$ ), maggiore è questa capacità. I principali fattori che influenzano la bagnabilità e l'angolo di contatto sono la tensione superficiale dell'adesivo che indica la sua attitudine ad attrarre le molecole esterne, l'energia libera di superficie dell'aderendo, che dipende dalle forze di coesione interne, e l'energia interfacciale solido-liquido. Per ottenere una buona adesione è condizione necessaria che la tensione superficiale di un adesivo liquido sia equivalente o inferiore all'energia libera di superficie dell'aderendo.

### **III PARTE**

## **RICERCHE IN VITRO SUI MATERIALI DENTARI NELL'ODONTOIATRIA RIABILITATIVA**

### **Ricerche fisico-chimico-meccaniche dei materiali dentari eseguite in laboratorio dal 2008 al 2011**

Nel corso del **2008** si è valutato sperimentalmente la resistenza ad usura di cinque compositi fotopolimerizzati per 30 secondi con due differenti lampade, entrambe adoperate in modalità continua e ad alta intensità, utilizzando una particolare apparecchiatura. I compositi utilizzati per questa sperimentazione, tutti del colore A2 sono stati: Ceram-X Mono (Dentsply), Filtek Supreme (3M Espe), Inten-S (Ivoclar-Vivadent), Miris (Coltene), Tetric EvoCeram, (Ivoclar-Vivadent). Mediante appositi stampi sono stati realizzati per ogni tipo di composito otto campioni di forma cilindrica, del diametro di 12 mm e con altezza di 2,5 mm. Quattro provini di ogni tipo di composito sono stati esposti alla luce alogena della lampada Astralis 10 (Ivoclar Vivadent). Identici quattro campioni di ogni resina testata sono stati fotopolimerizzati con la sorgente LED Satelec, entrambe usate in modalità continua ad alta intensità per tempi fissi di 30 secondi. Un foglio trasparente di acetato è stato posto sopra i campioni al momento della fotopolimerizzazione. Presso il Dipartimento di Chimica Industriale ed Ingegneria dei Materiali dell'Università degli Studi di Messina i 40 campioni sono stati sottoposti a test di usura adoperando una apposita apparecchiatura chiamata Pinondisk. Si è esercitata, mediante una punta in acciaio 316 L, fatta ruotare alla velocità di 120 giri al minuto, la pressione costante di 7,50 MPa. Ogni prova di usura è durata 30 minuti. Il decremento ponderale causato dall'azione della punta, indice della quantità di composito sottratto, ossia del grado di

usura verificatosi, è stato misurato mediante una assai sensibile bilancia elettronica, per sottrazione tra il peso iniziale del singolo campione e il peso al termine dei 30 minuti della prova. Per quanto concerne i campioni sottoposti alla fonte alogena risulta che i compositi più recenti, caratterizzati da riempitivi nanometrici, resistono maggiormente alle prove di usura, indice di una minore usura funzionale. I prodotti della precedente generazione (IntenS e Miris) evidenziano una minore resistenza al test di usura, perdendo più massa, espressa in milligrammi per milioni di cicli. Dai risultati ottenuti in questa ricerca si nota che a parità di tempo di esposizione alle due diverse fonti luminose, entrambe adoperate in modalità “high power”, i compositi CeramX Mono e Filtek Supreme polimerizzati con lampada LED si usurano meno rispetto ai medesimi materiali convertiti con luce alogena. Gli altri tre compositi testati appaiono più resistenti se polimerizzati con luce alogena. Nel corso del 2008 si è studiata l’influenza e l’effetto del riempitivo presente nella composizione delle resine composite testate attraverso la valutazione del comportamento meccanico di esse, utilizzando due fonti di fotopolimerizzazione, una lampada alogena (Astralis 10) e una lampada LED (Mini LED Satelec). In questo lavoro sono state studiate tre resine composite per restauri diretti: (IntenS, Ivoclar Vivadent, Miris Coltene, CeramiX Mono, Dentsply). I test per la valutazione della resistenza meccanica sono stati realizzati test microtensili, di flessione, di usura, di microdurezza. Si è anche valutata la morfologia di superficie attraverso l’utilizzo del Microscopio Elettronico a Scansione. È stata eseguita un’analisi a trasmissione degli spettri infrarossi FTIR, intesa a valutare il comportamento delle resine composite testate a contatto con le due differenti lampade per fotopolimerizzazione, verificando se fosse avvenuta chimicamente la formazione dei doppi legami carbonio carbonio, indice di un buon grado di fotopolimerizzazione delle resine. Pertanto si è calcolato il grado di conversione analizzando i picchi relativi al legame alifatico carbonio-carbonio nel range  $1630-1645\text{ cm}^{-1}$ . È stata eseguita l’analisi statistica dei dati ottenuti utilizzando l’analisi della Varianza a due vie (ANOVA). I risultati hanno evidenziato che le proprietà meccaniche delle resine composite testate sono correlabili alla

composizione strutturale. I riempitivi di dimensioni nanometriche sono risultati più resistenti ai tests rispetto ai riempitivi dalle dimensioni micrometriche. Il composito fotopolimerizzato con la sorgente alogena ha mostrato una maggiore durezza e resistenza a compressione ma anche un alto numero di fratture quando i campioni venivano sottoposti ai test di resistenza a flessione e ad usura.

Nel corso del **2009** sono stati studiati differenti pretrattamenti di superficie per i perni in fibra valutando quale sia più utile per migliorare l'adesione del sistema perno-cemento. Si è anche valutato se identici trattamenti producono uguali effetti sui perni testati.

Sono stati analizzati la micromorfologia superficiale e i profili di rugosità di 6 differenti perni in fibra. 4 campioni per ogni gruppo sono stati tenuti per 10 minuti in 10 cc di: perossido di idrogeno al 10%, perossido di idrogeno al 20%, permanganato di potassio al 10%, etossido di sodio al 10%. 4 perni di ogni tipo sono stati trattati per 1 minuto con acido ortofosforico al 36%. Si è valutata al microscopio confocale la morfologia superficiale dei campioni così ottenuti. L'analisi statistica è stata effettuata utilizzando il test ANOVA a effetti fissi a due vie per campioni dipendenti ( $P < 0.05$ ). Tutti i perni testati hanno mostrato segni di alterazioni superficiali dopo il contatto per 10 minuti con le 4 soluzioni utilizzate e dopo 1 minuto di trattamento con l'acido ortofosforico al 36%. L'analisi statistica ha evidenziato che la mordenzatura con perossido di idrogeno è risultata più efficace sui perni in fibra di vetro e carbonio, mentre il trattamento con acido ortofosforico al 36% rende più rigorosa la superficie dei perni in composito rinforzato con fibre di vetro. Quando efficaci, i pretrattamenti studiati creano nuovi siti di ritenzione micromeccanica e incrementano l'interfaccia perno-cemento composito, contribuendo a stabilizzare nel tempo la qualità del legame adesivo. Inoltre la mancanza di selettività rappresenta il principale limite delle tecniche di mordenzatura alternative ottenute mediante l'utilizzo per tempi variabili di acido ortofosforico, perossido di idrogeno, permanganato di potassio, etossido di sodio. Nella misura in cui, infatti, è intaccata la struttura delle fibre e non solo matrice resinosa si ottiene un danno all'integrità del perno. Occorre quindi

studiare il rapporto tempo/concentrazione dei vari prodotti proposti. Una concentrazione maggiore può ridurre il tempo di applicazione, ma non tutti i perni testati rispondono alla stessa maniera se posti a contratto per tempi identici alle medesime sostanze. I trattamenti di superficie dei perni rappresentano un importante fattore per migliorare il legame dei cementi resinosi ai perni in fibra, specialmente quando i perni in fibra contengono resina epossidica. La possibilità di associare l'adesione chimica e la ritenzione micromeccanica a livello della superficie dei perni in fibra fornisce il meccanismo di adesione più promettente. La possibilità di un trattamento condizionante industriale della superficie del perno in fibra realizzato dalle Aziende produttrici potrà servire a semplificare le procedure cliniche. Ulteriori studi sono tuttavia necessari per valutare la durata a lungo termine di questi particolari legami adesivi.

Nel corso del **2009** si è studiato l'effetto delle modalità di fotopolimerizzazione sulla resistenza a flessione di tre compositi per restauri diretti. In particolare si è valutato la resistenza a flessione di tre differenti resine composite, polimerizzate per tempi definiti e spessori standard, si sono studiate le caratteristiche intrinseche dei materiali testati, utilizzando la modalità di rilascio della sorgente luminosa ad alta intensità e due differenti lampade: una lampada alogena e una a tecnologia LED. Sono stati preparati dei campioni di forma rettangolare caratterizzati da 3 cm in lunghezza, 2 mm in ampiezza, e 5 mm di spessore. Tutti i campioni sono stati sottoposti al test di resistenza a flessione utilizzando un dinamometro LLOYD 10LR10K, con una velocità di carico di 1mm/minuto. Quattro campioni per ogni gruppo sono stati sottoposti alla luce alogena di una lampada di ultima generazione (Astralis 10 – Ivoclar Vivadent) per 20 e 30 secondi con modalità ad alta intensità e altri quattro campioni sono stati sottoposti alla luce di una lampada LED (MiniLED – Satelec) sempre per 20 e 30 secondi con modalità ad alta intensità. I compositi testati possono essere classificati come: nanoceramici, ibridi e microibridi. L'analisi statistica sulla resistenza a flessione è stata eseguita per mezzo del test ANOVA, e il livello di significatività è stato di 0.05. Per quanto concerne i risultati ottenuti dalla

sperimentazione si può dire che i campioni dei compositi ibridi, nanoceramici e micro ibridi fotopolimerizzati con la luce alogena per 20 secondi hanno mostrato valori di resistenza per tempo di esposizione ( $73.5 \pm 15.1$  MPa) per 30 secondi ( $143.1 \pm 22.4$  MPa); per 20 secondi di esposizione espressi in GPa ( $8.3 \pm 0.6$  GPa), per 30 secondi ( $10.6 \pm 1.0$  GPa); i materiali hanno mostrato valori espressi in MPa (Ceramix Mono  $89.7 \pm 35.2$  – IntenS  $111.0 \pm 39.1$  – Miris  $124.1 \pm 39.3$  MPa) e per il modulo a flessione dei materiali (Ceramix Mono  $8.7 \pm 1.1$  – IntenS  $9.7 \pm 1.3$  – Miris  $10.1 \pm 1.5$  GPa). Nei campioni sottoposti alla lampada LED (rispettivamente i valori per i tempi di esposizione sono stati per la LED  $112.9 \pm 39.7$  – per la lampada alogena  $103.8 \pm 40.2$  MPa e LED  $9.6 \pm 1.2$  GPa– alogena  $9.3 \pm 1.5$  GPa). In conclusione analizzando il trend generale delle tre resine composite testate per tempi fissi di 20 e 30 secondi, si è potuto osservare che entrambe le fonti luminose garantiscono dei materiali con buone proprietà meccaniche di durezza e resistenza. Per quanto riguarda la composizione del riempitivo, le dimensioni medie delle particelle e la qualità e quantità dei fotoattivatori, alla luce dei risultati della ricerca si può ritenere che il comportamento dei nuovi compositi nanoceramici risulta migliore rispetto agli ibridi e ai prodotti micro-ibridi. Così, la lampada alogena determina un indice migliore e più grande di resistenza a flessione e anche una più completa conversione della resina composita, rispetto ai compositi caratterizzati da riempitivi di particelle più grandi e cioè degli ibridi e micro-ibridi anche testati. Questi dati sono confermati quando si utilizzano entrambe le lampade in modalità continua si ottengono buone proprietà meccaniche provenienti da una adatta e completa foto-polimerizzazione delle resine e dalla conseguente resistenza meccanica fornita dal riempitivo.

Si è inteso valutare la capacità di sigillo ed il grado di adesione di un cemento resinoso auto-adesivo (RelyX Unicem, 3M Espe), comparandolo con tre classici cementi compositi che richiedono la mordenzatura acida della dentina radicolare.

Su 20 elementi dentari monoradicoli estratti per grave malattia parodontale, sono stati cementati, nel rispetto dei dettami delle Case produttrici, 20 perni utilizzando 4 differenti cementi resinosi. Il gruppo A è costituito da 5 perni RelyX Fiber Post

cementati con RelyX Unicem (3M Espe). Il gruppo B si riferisce a 5 FRC Postec adesi alla dentina radicolare con il cemento composito richiedente mordenzatura acida Variolink II (Ivoclar – Vivadent). Il gruppo C riguarda la combinazione Panavia F/Tech 2000 Xop (Isasan). Il gruppo D concerne 5 perni FRC Postec cementati con il Multilink Automix (Ivoclar – Vivadent). Opportunamente preparati, tutti i campioni sono stati sottoposti ad osservazione SEM, utilizzando ingrandimenti di 800 e 1600 X.

Dall'analisi comparativa dei risultati riportati in appare chiaro che il cemento RelyX Unicem ha mostrato un'adeguata capacità di sigillo. Non si è notata la evidente presenza di zaffi resinosi, né di zone di interdiffusione resina/dentina. Ai vari ingrandimenti l'interfaccia tra perno FRC Postec e cemento resinoso Variolink II mostra qualche gap lungo l'interfaccia dentina/cemento. L'interfacie tra il cemento resinoso autoadesivo RelyX e i perni prodotti dal medesimo gruppo industriale appare regolare e priva di significative bolle sia a 800 X che a 1600 X. Pur in assenza di uno strato ibrido di significativo spessore, intima è l'unione tra la superficie del perno e il cemento autoadesivo. Anche l'interfacie tra cemento e parete radicolare mostra una buona continuità. L'interfacie tra gli FRC Postec e il cemento Variolink II in taluni campi microscopici mostra deficit parziali di adesione. L'interfacie tra cemento composito e dentina radicolare appare ricca di zaffi resinosi. I perni Tech 2000 Xop (Isasan) appaiono ben aderenti al cemento composito Kuraray in molti campi microscopici. Probabilmente in seguito a un difetto di preparazione, in un campione mostrano alcuni distacchi parcellari. In genere, l'interfacie Panavia F dentina radicolare mordenzata evidenzia un ottimo strato ibrido con presenza di evidenti zaffi resinosi. I perni del gruppo D cementati con il Multilink mostrano a 1600 X un buon rapporto perno cemento. Anche l'interfacie dentina cemento composito è in genere regolare, caratterizzato da un valido strato ibrido e da numerosi zaffi resinosi.

Adoperato su denti estratti per avanzata malattia parodontale il cemento resinoso autoadesivo RelyX Unicem ha mostrato costantemente buone proprietà di sigillo. La

qualità dell'interfacie dentina/cemento è apparsa pressoché simile nei vari campi microscopici. Nelle medesime condizioni sperimentali le combinazioni tra Variolink II e FRC Postec, tra Panavia F e perni Tech 2000 Xop (Isasan) e tra il cemento Multilink Automix e gli FRC Postec hanno evidenziato risultati non sempre sovrapponibili. Infatti, in alcuni campioni è stato possibile documentare un'ottima interfacie, in altri sono apparsi irregolari gap. Pertanto, i cementi compositi che richiedono il pretrattamento acido della dentina radicolare appaiono più soggetti a imprevedibili variabili, solo in parte derivanti dalle capacità dell'operatore. Recenti studi hanno dimostrato che utilizzando alcuni sistemi adesivi smalto – dentinali lo strato ibrido è semipermeabile e può presentare fenomeni idrolitici e di osmosi. Il suo spessore non è costante e dipende dal tipo di adesivo utilizzato. Anche la morfologia appare differente, caratterizzandosi gli adesivi total etching per la presenza di cospicui zaffi resinosi inter e peritubulari. Nei self etching il primer automordenzante modifica e condiziona il fango dentinale del fondo cavitario senza rimuoverlo del tutto. I self etching con  $\text{pH} \geq 2$  producono uno strato ibrido poco spesso e talora insufficiente. Abbiamo quindi valutato, mediante ripetute osservazioni di microscopia elettronica, l'interfacie adesiva tra dentina e composito testando undici sistemi adesivi: tre total etching e otto self etching.

Su molari estratti per avanzata malattia parodontale sono state realizzate cavità standard di I classe, caratterizzate da un fondo cavitario piatto situato in dentina profonda. Appena estratti, i molari sono stati detersi mediante l'utilizzo di ultrasuoni; sono stati quindi tenuti per una settimana in acqua distillata alla temperatura di 5°C. Sono stati poi lavati con sodio cacodilato 0.2 M e asciugati. Si sono quindi realizzate le cavità standard e il medesimo operatore ha eseguito i restauri utilizzando il composito Filtek Supreme (3M Espe).

Sono stati testati i seguenti otto adesivi self etching: G-Bond, Clearfil S<sup>3</sup> Bond, AdheSe, Xeno III, Clearfil SE Bond, One Coat SE Bond, iBond, Adper Scotch bond 1XT. Quali total etching abbiamo studiato: Prime & Bond NT, PQ1, Excite DSC. Tutti i campioni sono stati lucidati con dischetti Soft Lex a granulometria

decescente. I molari così otturati, due per ogni gruppo per un totale di 22 campioni, sono stati immersi per 24 ore in glutaraldeide al 4 % tamponata con sodio cacodilato 0.2 M. Dopo la metallizzazione, si è osservata a diversi ingrandimenti l'interfacie tra i tessuti duri dentali e la resina composita allo scopo di valutare comparativamente la qualità dell'adesione ottenuta e lo spessore e la morfologia dello strato ibrido.

Nel complesso gli adesivi total etching testati mostrano uno strato ibrido di maggiore spessore e più omogeneo rispetto ai self etching. Tra gli adesivi automordenzanti, il Clearfil S<sup>3</sup> Bond evidenzia nei vari campi microscopici e a diversi ingrandimenti la migliore morfologia dell'interfacie adesiva e una minima presenza di microscopici distacchi. Aspetti meno confortanti sono stati riscontrati nelle microfotografie riguardanti gli adesivi self etching "all in one" G-Bond, iBond e Adper Scotch bond 1 XT. Le foto effettuate presso l'ST Microelectronics di Catania mostrano, ai differenti ingrandimenti, la qualità degli strati ibridi ottenuti adoperando, secondo i dettami delle Case Produttrici, gli 11 adesivi smalto dentali testati.

Il nostro studio conferma che lo strato ibrido prodotto dai self etching appare di minore spessore e consistenza se paragonato con lo strato ibrido ottenuto con l'utilizzo, per i tempi dovuti, degli adesivi total etching. I peggiori risultati si sono costantemente avuti con i self etching "all in one".

Nel corso del **2009** si è cercato di stabilire quale tra i pretrattamenti di superficie proposti in letteratura possa risultare più utile nel migliorare l'adesione del sistema perno-cemento. Si è valutato tra i sistemi testati, se identici trattamenti producono uguali effetti su tutti i tipi di perni testati. Abbiamo studiato la micro morfologia superficiale e i profili di rugosità di 6 differenti perni in fibra: Tech 2000 Xop (Isasan, Rovello Porro, Italia), FRC Postec (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), RelyX Fiber Post (3M-Espe, Seefeld, Germania), DT Light Post (Dentsply, St Egrevé, Francia), Conical Post Black (Sogeva, Borgosatollo (BS), Italia) e Glassix Glass Fibre Post (Nordin, Brent, Svizzera). Di ognuno dei sei tipi di perni studiati sono stati sottoposti alla sperimentazione 24 perni prelevati randomicamente da 4 confezioni acquistate per il presente studio. L'analisi statistica

sul grado di rugosità misurato sulla superficie dei vari perni trattati con i differenti prodotti è stata effettuata utilizzando il test ANOVA. Tutti i perni testati hanno mostrato più o meno evidenti segni di alterazioni superficiali dopo il contatto per 10 minuti con le 4 soluzioni sperimentali utilizzate e dopo 1 minuto di trattamento con l'acido ortofosforico al 36%. L'analisi statistica ha evidenziato che la mordenzatura con perossido di idrogeno risultata più efficace sui perni in fibra di vetro e in fibra di carbonio, mentre il trattamento con acido ortofosforico al 36% rende più rugosa la superficie dei perni in composito rinforzato con fibre. I pretrattamenti dei perni in fibra non determinano lo stesso effetto su tutti i tipi di perni, né incidono in ugual maniera sulla loro rugosità superficiale. Quando efficaci, quando cioè riescono ad incidere sulla micromorfologia e sulla rugosità di superficie, i pretrattamenti studiati creano nuovi siti di ritenzione micromeccanica e incrementano l'interfaccia perno-cemento composito, contribuendo così a stabilizzare nel tempo la qualità del legame adesivo.

L'impiego di perni endodontici in fibra è uno dei temi di ricerca sviluppati nel corso del **2010**. Il concetto fondamentale riguardo alle indicazioni per l'impiego dei perni, come emerge chiaramente dalla letteratura, è che il perno rappresenta solo un mezzo per la ritenzione del core del restauro o del build-up, qualora la sostanza dentale sia insufficiente; il perno non rinforza la radice, ma, al contrario, può indebolirla a causa della alesatura necessaria per creare il post-space. Negli corso degli anni si è assistito a una progressiva evoluzione dei perni endodontici. L'introduzione dei perni in fibra, comparsi per la prima volta in letteratura nel 1990 per merito di Duret, ha reso possibile la ricostruzione del dente con materiali che abbiano un modulo di elasticità il più vicino possibile a quello della dentina, rendendo il sistema più omogeneo: si parla infatti di "monoblocco" dentina-cemento-perno come risultato ideale. Tale elasticità permette di assorbire al meglio gli stress masticatori e ridurre il rischio di fratture radicolari; il tipo di fallimento più comune nel caso siano stati utilizzati perni in fibra è, infatti, la decementazione e non la frattura radicolare. In base ai risultati ottenuti dalla nostra ricerca, riguardo alle caratteristiche meccaniche dei perni, si è

dimostrato che i perni in fibra hanno proprietà più simili alla dentina rispetto ai perni tradizionali. Durante la sperimentazione si sono ottenuti dalle misurazioni effettuate valori di moduli di elasticità di 34 GPa per i perni in fibra di carbonio, 24 GPa per i perni in fibra di silice, 28 GPa per i perni in fibra di vetro, mentre i perni metallici hanno mostrato valori che andavano dai 53 GPa ai 110 GPa dell'acciaio. D'altra parte si è osservato durante il proseguimento della ricerca che i perni in fibra di carbonio hanno mostrato un modulo elastico variabile da 125 a 8 GPa a seconda dell'angolo di applicazione del carico; si è notato che per un angolo di 35-45°, che risulta essere quello proprio della dinamica masticatoria, determina un modulo elastico di 21 GPa. Da ciò appare chiaro che il modulo di elasticità della dentina risulta estremamente positivo quando presenta valori compresi entro 18 GPa, risultando più vicino ai perni in fibra che ai perni metallici. Si è studiato inoltre quale cemento possa garantire la migliore adesione e durata, quando veniva utilizzato in associazione con i perni in fibra. La tecnica operativa scelta per posizionare il cemento, che è stato preparato secondo le istruzioni fornite dal produttore, ha comportato l'inserimento all'interno dello spazio endodontico avendo l'accortezza di riempirlo completamente per evitare la presenza di vuoti nell'interfaccia dentina/cemento/perno. Dopo le interfacce sono state esaminate al microscopio elettronico a scansione (SEM) ad ingrandimenti di 800X e 1600X. Le combinazioni di cementi resinosi/perni in fibra oggetto della ricerca sono stati: Variolink II/FRC Postec (Ivoclar-Vivadent); Panavia F/Techno 21 (Kuraray); Multilink Automix/FRC Postec (Ivoclar-Vivadent). Dei cementi testati il RelyX Unicem ha mostrato costantemente buone qualità di sigillo. Nel corso del **2010** la ricerca è stata condotta valutando i differenti materiali disponibili per cementare i perni in fibra alla dentina radicolare. In letteratura un consistente numero di studi in vitro hanno investigato differenti combinazioni di sistemi adesivi e agenti cementanti per migliorare la resistenza all'adesione. I risultati hanno riportato la suddivisione dei cementi nelle seguenti categorie: cementi resinosi convenzionali e cementi auto-adesivi. I valori di bassa resistenza e la mancanza di dati clinici a lungo termine limitano l'applicazione di cementi auto-adesivi commercializzati

recentemente. La scelta di una tecnica total-etch che prevede l'utilizzo di sistemi adesivi duali e cementi rappresenta la metodologia più predicibile per cementare i perni in fibra. Particolare attenzione è stata data nella sperimentazione di ricerca ai trattamenti di superficie dei perni, risultati estremamente utili per migliorare l'adesione. La metodologia utilizzata ha previsto l'utilizzo di trattamenti chimici e/o micro-meccanici. La maggior parte dei dati disponibili provenienti dalla letteratura scientifica sono basati su studi che hanno investigato differenti trattamenti di superficie dei perni realizzati direttamente alla poltrona. Secondo i nostri risultati ottenuti in vitro, il condizionamento della superficie hanno dimostrato di migliorare le proprietà di adesione dei perni in fibra. La resistenza adesiva dei perni in fibra pretrattati ha dimostrato dei risultati soddisfacenti. Pertanto studi clinici a lungo termine saranno necessari per stabilire quale tra i pretrattamenti risulta più valido, capace di resistere all'usura e agli stress meccanici presenti nel cavo orale nel tempo. D'altra parte bisogna mettere a punto un'insieme di raccomandazioni e procedure particolari da seguire di facile apprendimento in grado di standardizzare la tecnica operativa da seguire da parte degli operatori.

## **Valutazione delle caratteristiche meccaniche di quattro compositi foto polimerizzati con sorgente alogena e LED**

Questa ricerca ha valutato la micro durezza di quattro resine composite polimerizzate per tempi definiti e spessori standard utilizzando una identica modalità di rilascio della luce e due diverse lampade: una alogena ed una a tecnologia LED.

Sono stati utilizzati quattro compositi per restauri diretti, tutti del colore A2: Inten-S (Ivoclar Vivadent, gruppo A), Enamel Plus (Micerium, gruppo B), Miris (Coltene, gruppo C), Ceram.X Mono (Dentsply, gruppo D). Con ogni composito sono stati realizzati 12 cilindretti di dimensioni standard, per un totale di 48 campioni. Ogni campione aveva un diametro di circa 1 cm e uno spessore di 2,5 mm. Tre campioni di ogni composito sono stati sottoposti alla luce alogena d'una lampada di ultima generazione (Astralis 10, Ivoclar Vivadent) utilizzata in high power per tempi di 10

secondi. Altri tre campioni di ogni composito sono stati polimerizzati con la medesima lampada alogena per 20 secondi. Altrettanti identici campioni sono stati polimerizzati in “modalità rapida” con una lampada LED (MiniLED, Satelec) per tempi di 10 o 20 secondi. I 48 campioni sono stati quindi sottoposti a test di micro durezza Vickers (HV), sia sulla superficie esposta alla sorgente luminosa che su quella opposta. Su ogni superficie testata sono state effettuate tre misure, di cui si è calcolata la media.

Dopo 10, 20 e 30 secondi di utilizzo alla massima potenza di  $1200 \text{ mW/cm}^2$ , la lampada alogena garantisce maggiori valori di micro durezza Vickers rispetto alla sorgente LED. Incrementando il tempo di utilizzo da 10 a 20 secondi, i valori HV registrati sulla superficie esposta alla luce alogena non hanno mostrato significativi incrementi, mentre l'utilizzo alla massima potenza della lampada LED determina un miglior grado di conversione dei quattro compositi testati in funzione del tempo. L'analisi comparativa tra una lampada a LED e una lampada alogena ad elevata intensità ha rivelato che la sorgente alogena, utilizzata per identici tempi e con uguale modalità, garantisce maggiori valori di micro durezza rispetto alla LED. La completa polimerizzazione dei compositi testati indicata dai valori di durezza Vickers dipende comunque più dallo spessore del materiale che dai tempi di irraggiamento.

In effetti in questi ultimi anni hanno assunto sempre maggiore importanza gli studi sulla foto polimerizzazione dei compositi in relazione a differenti tipi di lampade (Jandt et al., 2000; Sharkey et al., 2001; Moon et al., 2004; Rahiotis et al., 2004; Micali et al., 2004). Alle “storiche” lampade alogene da  $300 \text{ mW/cm}^2$  sono succedute prima altre lampade alogene sempre più potenti, poi le lampade al plasma e quindi quelle a LED (Tarle et al., 2002; Uhl et al., 2003).

Le *lampade alogene* sfruttano l'emissione luminosa generata da un filamento in tungsteno immerso in un gas che contiene componenti di tipo alogeno. Il passaggio della corrente rende incandescente il filamento che emette una luce bianca, la quale deve essere opportunamente filtrata per permettere un'emissione radiante compresa

tra 400 e 500 nm. L'intensità luminosa o radianza di queste lampade può variare, secondo il modello, da 300 a 1200 mW/cm<sup>2</sup>.

Le *lampade LED* producono una luce monocromatica emessa da un "semiconduttore". In campo odontoiatrico sono stati sviluppati diodi al nitrato di gallio in grado di emettere luce blu compresa tra i 450 e i 490 nm, con picco a 470 nm. I primi studi per l'applicazione della tecnologia LED in odontoiatria sono stati compiuti da Nakamura e Mills, nel 1995. I LED sono in grado di polimerizzare i compositi che contengono canforo chinone come foto iniziatore. Le unità foto polimerizzanti di prima generazione sono costituite dall'assemblaggio in un unico contenitore di numerosi LED (da 7 a 60 circa), secondo configurazioni geometriche adatte ad ottimizzare l'intensità della luce emessa che, tuttavia, per questo tipo di lampade a LED non supera i 500-600 mW/cm<sup>2</sup>. Le lampade a LED di ultima generazione sono invece caratterizzate dalla presenza di una solo LED di elevata potenza, in grado di produrre un'emissione luminosa assai maggiore rispetto alle lampade precedenti. La radianza di queste lampade varia, secondo il modello, da 800 a 1200 mW/cm<sup>2</sup>. Analizzando il comportamento di tre lampade LED rispetto a due sorgenti alogene, Tsai e coll. hanno ottenuto risultati simili in termini di polimerizzazione tra le varie sorgenti, mentre per quanto riguarda la profondità di polimerizzazione migliori risultati hanno dato le lampade alogene (Tsai et al., 2004). Risultati analoghi sono stati ottenuti, tra gli altri, da Uhl e coll., che hanno rilevato che la luce alogena possiede una banda di emissione più ampia, tale da comprendere la lunghezza d'onda di sensibilità dei differenti foto iniziatori presenti nei diversi compositi, mentre il picco di emissione della luce LED coincide con il picco di assorbimento del canforochinone, ma non si sovrappone alla lunghezza d'onda sensibile del parafenilpropandione (Uhl et al., 2004).

Scopo di questa ricerca è stato quello di valutare la micro durezza di quattro resine composite, polimerizzate per tempi definiti e spessori standard, utilizzando una identica modalità di rilascio della luce e due diverse lampade: una alogena ed una a tecnologia LED.

## Materiali e Metodi

In questa ricerca sono stati utilizzati quattro diversi compositi per restauri diretti, tutti del colore A2: Inten-S (Ivoclar Vivadent, gruppo A), Enamel Plus (Micerium, gruppo B), Miris (Coltene, gruppo C), Ceram.X Mono (Dentsply, gruppo D). Con ogni composito sono stati realizzati 12 cilindretti di dimensioni standard, per un totale di 48 campioni. Tutti i campioni avevano un diametro di circa 1cm e uno spessore di 2,5 mm. I 10 mm di diametro hanno permesso di realizzare tre distinte misurazioni su ognuna delle due superfici opposte lontane dai margini, in modo da ottenere sempre risultati non inficiati dall'eventuale cedimento delle porzioni più esterne dei cilindretti sotto la pressione della punta del micro durometro. Tre campioni di ogni composito sono stati sottoposti alla luce alogena d'una lampada di ultima generazione (Astralis 10, Ivoclar Vivadent) utilizzata in *high power* per tempi di 10 secondi. Altri tre campioni di ogni composito sono stati polimerizzati con la medesima lampada per 20 secondi. Altrettanti identici campioni sono stati polimerizzati, sempre in "modalità rapida", con una lampada LED (MiniLED, Satelec) per tempi di 10 o 20 secondi. I puntali delle lampade sono stati tenuti a 5 mm dalla superficie esposta del composito. I 16 gruppi di tre campioni ciascuno trattati per tempi di 10 o 20 secondi con lampada alogena o LED, utizzate entrambe alla massima potenza, rispettivamente di 1200 o 1100 mW/cm<sup>2</sup>. Presso il Dipartimento di Chimica Industriale ed Ingegneria dei Materiali dell'Università di Messina, i 48 campioni sono stati sottoposti a test di micro durezza Vickers sia sulla superficie esposta alla sorgente luminosa che su quella opposta. È stato adoperato un micro durometro con carico applicato al penetratore di 200 g (pari a 1,29 N) per 10 secondi. Il puntale del micro durometro lascia un'impronta sulla superficie del composito polimerizzato a forma di piramide rovesciata, proporzionale alla forza applicata. Applicando la formula:

$$HV = 0,1891 F/d^2$$

Si è calcolata la durezza Vickers della superficie direttamente esposta alla fonte luminosa e della superficie opposta (HV = durezza Vickers; F = carico applicato, espresso in Newton; d = diagonale media dell'impronta, a forma di piramide

rovesciata, espressa in mm). Su ogni superficie testata sono state effettuate tre misure, di cui si è calcolata la media. Pertanto su ogni campione sono stati eseguiti sei rilievi. Per ogni gruppo, quindi 18 misure per un totale di 288 rilievi dell'impronta lasciata dal puntale del micro durometro su una piccola porzione della superficie del composito.

## **Risultati**

Dopo soli 10 secondi di esposizione alle due sorgenti luminose, entrambe adoperate in massima potenza, la lampada alogena risulta più efficiente con tutti i campioni testati. Essa garantisce infatti una durezza Vickers superiore al valore 52. La durezza Vickers risulta massima, con valore prossimo al 60, foto polimerizzando per 10 secondi con lampada alogena la superficie esposta del composito Ceram.X Mono. Valori pressoché identici si sono ottenuti sulla superficie esposta dei compositi Enamel Plus e Miris.

Adoperando per 10 secondi la lampada LED, si è ottenuto un pressoché identico valore HV sulle superfici esposte dei compositi Enamel Plus, Miris e Ceram.X Mono. Portando il tempo a 20 secondi e adoperando sempre le lampade in modalità high power, si ottengono dei risultati di maggiore durezza di tutti i prodotti testati. Sulla superficie esposta i valori di micro durezza Vickers non registrano significativi incrementi in tutti i campioni polimerizzati con lampada alogena. L'utilizzo per 20 secondi della lampada LED migliora invece il grado di conversione della superficie esposta dei compositi Enamel Plus, Ceram.X Mono, Miris e Inten-S. Pertanto, l'utilizzo protratto a 20 secondi della lampada LED incrementa la durezza Vickers delle superfici esposte dei quattro compositi testati, con particolare riguardo ai campioni del gruppo B (Enamel Plus) e D (Ceram.X Mono). Anche nel composito che dopo tempi di esposizione di 10 e 20 secondi manifesta sulla superficie esposta alla fonti luminose minore durezza Vickers (Inten-S, gruppo A), ulteriori 10 secondi di esposizione garantiscono un maggiore grado di polimerizzazione. La fonte alogena determina quindi maggiori valori HV dopo 10, 20 e 30 secondi di utilizzo, alla massima potenza di  $1200 \text{ mW/cm}^2$ . in funzione dei tempi di foto polimerizzazione,

anche la sorgente LED vede migliorare la durezza Vickers della superficie esposta dei campioni del gruppo A.

Lo studio comparativo della durezza Vickers, registrata mediamente sulle superfici esposte alla luce e sulle superfici non esposte ha dato dei risultati ben precisi per quello che concerne la fonte alogena adoperata alla massima potenza, rispettivamente per tempi di 10 e 20 secondi. In particolare, dal confronto tra i risultati, aumentando i tempi della sorgente alogena da 10 a 20 secondi, si ottiene un sensibile incremento della durezza Vickers della superficie esposta alla sorgente luminosa, per quello che concerne i compositi dei gruppi C e D. il passaggio da 10 a 20 secondi di foto polimerizzazione mediante luce LED garantisce una migliore conversione di tutti i compositi testati, sia a livelli delle superfici esposte che delle superfici non direttamente raggiunte dalla luce. Per la lampada alogena ulteriori 10 secondi di polimerizzazione alla massima intensità producono minime differenze sia sulla superficie esposta che su quella opposta alla fonte luminosa utilizzando i compositi Inten-S ed Enamel Plus. Per il Miris ed il Ceram.X Mono, i 20 secondi di utilizzo in high power determinano invece una migliore conversione degli strati di composito più distanti dalla sorgente luminosa con valori HV che per i campioni del gruppo C passano da 33 a 45.1 e per gli elementi del gruppo D aumentano da 31 a 43.9 HV. Conseguentemente decresce il divario tra la micro durezza registrata sperimentalmente sulle superfici direttamente esposta alla luce fotopolimerizzatrice e quella misurata sulla superficie opposta, mediamente dal 41.1% al 24.2% per il Miris, e dal 47.4% al 27.7% per il Ceram.X Mono. Adoperando la fonte LED nelle medesime condizioni sperimentali si ottengono mediamente minori valori HV dopo 10 e 20 secondi, sia sulla superficie esposta che sull'opposta. Con la lampada LED, il protratto utilizzo migliora la conversione del composito a livello dell'area più distante dalla sorgente luminosa, che passa: per Inten-S da  $28.7 \pm 1.2$  a  $35.9 \pm 3.1$  HV; per Enamel Plus da  $18.9 \pm 2.1$  a  $30.1 \pm 1.8$  HV; per Miris da  $9.2 \pm 1.9$  a  $27.4 \pm 3.4$  HV; per Ceram.X Mono da  $42.4 \pm 3.7$  a  $46.5 \pm 2.1$  HV. Pertanto quest'ultimo prodotto trattato con lampada LED evidenzia una pressoché identica polimerizzazione a tutto

spessore, essendo la riduzione nella zona non esposta del solo 6% dopo 10 secondi e di quasi il 20 % dopo 20 secondi.

## **Discussione**

La polimerizzazione adeguata è il fattore cruciale del successo in odontoiatria riabilitativa (Davidson et al., 1997). Il grado di polimerizzazione è influenzato, oltre che dallo spessore del composito e dalla potenza della fonte luminosa, anche seppure in minor grado, dal colore, dalla traslucenza, dalla composizione chimica del monomero e dalla concentrazione del catalizzatore (Kloosterboer et al., 1990). Limitando l'attenzione agli spettri d'emissione, si ricorda che la sorgente LED si caratterizza per uno spettro sufficientemente ridotto e distribuito in modo tale da non richiedere l'impiego di filtri, essendo particolarmente focalizzato sulla lunghezza d'onda dei foto iniziatori dei compositi, con particolare riguardo al canforo chinone (Bennet et al., 2004). Se si osserva lo spettro di una lampada alogena, si nota un costante aumento di energia dall'ultravioletto al rosso e all'infrarosso. Essendo i foto iniziatori sensibili solo verso la gamma del blu e del viola, occorre eliminare gran parte dello spettro emesso da tali lampade mediante l'uso di appositi filtri "a bassa penetrazione", che consentono il passaggio solo della luce blu-viola, a cui corrispondono le lunghezze d'onda utili di 400 – 500 nm. Conseguentemente, confrontando l'energia di una lampada LED con quella di una alogena, si è osservato che può essere sfruttata tutta l'energia della lampada LED, mentre viene impiegato solo il 50-60% dell'energia generata dall'alogeno.

Diversi sono i test utilizzati per stabilire il grado di polimerizzazione delle resine composite: spettroscopia a infrarossi, prove di flessione e di compressione. Numerosi studi hanno dimostrato che il test di micro durezza Vickers permette lo studio della cinetica di polimerizzazione (Kurachi et al., 2001; Asmussen et al., 2003). Adottando la polimerizzazione rapida ad alta intensità, con la quale si attiva in un tempo assai ridotto l'intera massa del composito, si è osservato che i campioni trattati con lampada alogena hanno evidenziato in quasi tutti i casi una maggior durezza Vickers rispetto ai medesimi campioni, costituiti cioè dallo stesso composito polimerizzati

con lampada LED. Tale riscontro si osserva sia dopo 10 che dopo 20 secondi di foto polimerizzazione. Tuttavia, portando il tempo di polimerizzazione da 10 a 20 secondi, la fonte LED determina mediamente un significativo incremento dei valori HV, sia sulla superficie esposta che su quella opposta alla sorgente luminosa. Un simile incremento, anche se assai minore, è stato riscontrato anche nei cilindretti polimerizzati con più pratti tempi di utilizzo (fino a 30 secondi) delle lampade alogena e LED, adoperate sempre alla massima potenza. I valori HV registrati su campioni dello spessore di 4, 6 e 8 mm, sono stati realizzati tutti con il composito che ha presentato minore durezza Vickers sulla superficie direttamente esposta alla sorgente luminosa (Inten-S). si è osservato che aumentando lo spessore del materiale si è registrato un crescente sensibile decremento della micro durezza, pur allungando i tempi di foto polimerizzazione da 10 a 30 secondi in modalità rapida.

## **Compositi foto polimerizzati con luce alogena e LED**

### **Proprietà meccaniche**

I compositi fotopolimerizzabili sono sempre più largamente utilizzati in campo odontoiatrico. Sono costituiti da resine acriliche, riempitivi inorganici, agente legante e stabilizzante e additivi vari. Per ottenere un buon restauro dentale è necessario che tali componenti siano omogeneamente interconnessi tra loro mediante una polimerizzazione completa. La presenza di un'adeguata quantità e tipologia di riempitivo è necessaria al fine di incrementare la resistenza meccanica della matrice organica, e di minimizzare la sua contrazione durante la reazione di polimerizzazione. Studi sperimentali recenti hanno indicato che i “nano-rimpitivi” (costituiti da particelle di dimensione media pari a  $0.01 - 0.005 \mu\text{m}$ ) sono in grado di conferire una resistenza all'usura paragonabile a quella dei riempitivi “ibridi” (di dimensioni medie pari a  $1 - 0.4 \mu\text{m}$ ), ma hanno un gradiente di lucidabilità superficiale nettamente maggiore, che si traduce in un persistente gradevole aspetto estetico del restauro. La contrazione del restauro in composito, se non validamente contrastata dagli adesivi smalto-dentinali, è responsabile della

creazione di micro fessure tra dente e otturazione. Si determina così un'infiltrazione marginale e i batteri e i fluidi orali raggiungono progressivamente i tubuli dentinali, provocando carie secondaria e infiammazioni pulpari. Per ottenere una riduzione della contrazione da polimerizzazione e un alto grado di conversione monomero-polimero è necessario utilizzare sorgenti luminose in grado di polimerizzare in maniera completa, uniforme e rapida tutto il restauro. Le condizioni ottimali vengono raggiunte variando i tempi d'esposizione della fonte energetica, la temperatura trasmessa al materiale, l'intensità energetica e l'ampiezza dello spettro luminoso. L'efficacia e la completezza della polimerizzazione dipendono, dunque, da una serie di fattori:

- 1) dimensioni delle particelle del riempitivo
- 2) colore e translucenza della resina composita
- 3) potenza e intensità della fonte luminosa
- 4) tempo e distanza di irraggiamento
- 5) direzione del fascio di luce
- 6) spessore dello strato di materiale da polimerizzare.

In questo lavoro sono state valutate le proprietà meccaniche di alcune resine composite di diversa costituzione e di diverso spessore, foto polimerizzate per tempi differenti con una lampada LED e una sorgente alogena. In particolare, abbiamo valutato la durezza della superficie, la profondità d'indurimento, la resistenza a compressione e la resistenza a flessione paragonando l'effetto delle due lampade in modalità di irraggiamento continuo su tre differenti compositi.

### **Materiali e metodi**

E' stato eseguito il confronto fra lo spettro radiante di una lampada alogena e lo spettro di una lampada LED. Il picco di spettro della lampada alogena è a 485 nm; a 465 nm per la lampada LED. La luce LED è capace di attivare la reazione di polimerizzazione dei compositi che contengono esclusivamente il canforo chinone quale iniziatore, poiché il picco d'emissione LED coincide con il suo picco d'assorbimento. Invece la sorgente alogena può attivare un maggior numero di

foto-iniziatori, avendo uno spettro d'emissione più ampio (390-520 nm) rispetto a quello LED (450-510 nm). Le proprietà finali del restauro saranno quindi legate al tipo di sorgente foto polimerizzante al tempo di applicazione della sorgente e alla costituzione del composito. In apposita tabella si è riportato il nome commerciale, il relativo codice attribuito e la composizione delle tre resine composite usate in questa ricerca. Mediante appositi stampi sono stati realizzati campioni di forma cilindrica con diametro costante (1 cm) e spessore variabile (da 2 a 8 mm) per la realizzazione delle misure di durezza eseguite con un durometro Shimatzu DUH 200. Le prove di compressione sono state realizzate con un dinamometro universale LLOYD 10LR10K, con cella di carico da 10 KN.

I provini utilizzati per questo tipo di prova avevano geometria cilindrica, con diametro di 3.5 mm e altezza di 5 mm. Provini di geometria rettangolare (lunghezza 3 cm, sezione utile di larghezza 3 mm e spessore 2 mm) sono invece stati impiegati per eseguire le prove di flessione, utilizzando lo stesso dinamometro sopra menzionato, ma con cella di carico da 500 N. La velocità di carico è stata di 1 mm/min, sia per le prove di flessione sia per quelle di compressione.

Per lo studio della durezza Vickers sono stati preparati 20 identici campioni di ognuna delle tre resine composite testate, per un totale di 60 provini: 5 campioni di ogni tipo di composito sono stati foto polimerizzati con lampada alogena per 10 secondi; 5 per 20 secondi; 5 sono stati trattati con lampada LED per 10 secondi e 5 con la medesima fonte energetica LED per 20 secondi. Anche per lo studio delle proprietà meccaniche a flessione e a compressione sono stati approntati complessivamente 60 campioni delle dimensioni sopra specificate: 30 (10 per ogni composito; per lo studio delle curve sforzo deformazione delle tre resine sottoposte a compressione. Il restante 50 % è stato polimerizzato con la sorgente LED Satelec, usate entrambe in modalità continua ad alta intensità ( $P_{\text{alogeno}} \sim 1200 \text{ mW/cm}^2$ ;  $P_{\text{LED}} \sim 1100 \text{ mW/cm}^2$ ), per tempi fissi di 10 o di 20 secondi. Il fascio della lampada è stato tenuto distante 5 mm dalla superficie superiore del

composito. In questo lavoro le lampade alogena e LED sono state codificate con i simboli H (alogena) e L (LED), utilizzati insieme ai codici attribuiti a ogni resina composita. Per lo studio della durezza Vickers sono stati preparati 12 identici campioni di ogni resina composita: 3 da foto polimerizzare con lampada alogena per 10 secondi; 3 da sottoporre alla medesima sorgente alogena per 20 secondi; 3 da trattare con lampada LED per 10 secondi a 3 da polimerizzare per 20 secondi con la fonte energetica LED.

## **Risultati**

### ***Misura della durezza delle resine composite***

Le analisi di durezza sono state eseguite applicando su ciascun provino un carico di 1.96 N per tempi di 10 o 20 secondi. I valori di durezza Vickers (HV) sono stati calcolati mediante la seguente formula:

$HV = 0.1891F / (d_1+d_2/2)^2$  dove F è il carico applicato espresso in Newton e  $d_1$  e  $d_2$  sono i valori espressi in mm delle lunghezze delle due diagonali della punta piramidale schematizzata nella figura 3. Per ogni lato del provino sono state effettuate prove in zone casuali della superficie e calcolati poi i valori medi.

Incrementando i tempi d'esposizione si ottengono valori maggiori del grado di durezza. I valori medi ottenuti dopo 10 e 20 secondi di esposizione alla luce alogena (H) o LED (L) trascrivono anche i valori medi del parametro "grado di durezza" (GD), misurati in ogni campione attraverso la seguente formula:

$GD = HV_1 / HV_s$  dove  $HV_1$  è la durezza Vickers relativa alla faccia inferiore del campione (non direttamente esposta alla sorgente fotopolimerizzatrice) e  $HV_s$  è la durezza Vickers relativa alla faccia superiore del campione (direttamente irradiata). Dai dati ottenuti si deduce che sia dopo 10 che dopo 20 secondi di esposizione in modalità continua ad alta intensità, la luce alogena produce in campioni dello spessore di 2 mm valori di durezza HV e gradi durezza in funzione del tempo d'esposizione di provini della resina composita. A irraggiata con entrambe le lampade. L'andamento mostra che all'aumentare del tempo di esposizione alla sorgente fotopolimerizzatrice cresce la durezza e quindi il grado

di conversione del materiale. È ancora evidenziato che la luce alogena, a parità di tempo d'esposizione provoca un grado di polimerizzazione maggiore rispetto alla luce LED, misurato in termini di durezza Vickers dei singoli campioni. I dati dimostrano la diminuzione dei valori di durezza Vickers al crescere dello spessore del campione A irraggiato con la lampada alogena per 10, 20 o 30 secondi.

### **Studio delle proprietà meccaniche a flessione e compressione delle resine composite**

I risultati delle prove di flessione e compressione sono rispettivamente in termini di resistenza a flessione, modulo a flessione o compressione e allungamento a rottura. I test sono stati eseguiti su provini sottoposti a una o all'altra sorgente luminosa per 20 secondi. Dall'osservazione dei valori si può notare che i compositi A e C, sottoposti a foto polimerizzazione mediante la sorgente alogena, in accordo con i risultati sperimentali concernenti la durezza Vickers, sono più rigidi rispetto a quelli foto polimerizzati con sorgente LED. Il materiale microibrido evidenzia una resistenza ( $\sigma_{max}$  di 96.5 se trattato con lampada LED e una resistenza a flessione ( $\sigma_{max}$ ) di 91.9 se foto polimerizzato, sempre per 20 secondi, con l'alogena adoperata in modalità rapida e a elevata e continua intensità. I valori del modulo a flessione E sono compresi tra 8.4 e 11.1 GPa nei campioni curati con la sorgente alogena e tra 8.8 e 9.5 nei provini sottoposti al LED. I dati concernenti l' $\epsilon_{rott}$  sono pressoché sovrapponibili (tabella III). Le resine fotopolimerizzate con luce alogena mostrano una maggiore resistenza a compressione (217.3-268.9 MPa) e una più elevata rigidità (85.8-6.6 GPa) di quelle foto polimerizzate con luce LED (rispettivamente: 176.6-220.6 MPa e 5.5-6.5 GPa). Quindi, a parità di tempo di esposizione alla fonte luminosa, i compositi sottoposti a luce LED risultano alquanto più deformabili di quelli trattati con luce alogena, come si evince complessivamente dai valori di allungamento a rottura, sia a flessione che a compressione, riassunti nelle tabelle specifiche. Nelle figure vengono mostrate due curve sforzo-deformazione a flessione e compressione relative al materiale composito A (InTen-S) foto polimerizzato con le

due diverse sorgenti luminose. I grafici costituiscono un esempio dell'andamento generale mostrato dal composito A relativamente al parametro flessione e al parametro compressione, evidenziando che la sorgente alogena riesce a produrre un materiale con buone proprietà meccaniche in termini di rigidità e resistenza, ma con minore deformabilità rispetto alla sorgente LED.

## **Discussione**

In questa ricerca sono stati analizzati tre diversi compositi, costituiti da resine acriliche contenenti riempitivi inorganici ibridi, microibridi e nano ceramici. Tali resine sono state sottoposte a luce alogena o LED in modalità continua ad alta intensità, per tempi pari a 10 e 20 secondi. Le analisi meccaniche di durezza, flessione e compressione, eseguite su tutti i materiali foto polimerizzati per 20 secondi, hanno evidenziato che la lampada alogena provoca una polimerizzazione maggiore e più omogenea rispetto alla lampada LED testata. Inoltre, il grado di durezza delle resine composite decresce al crescere dello spessore del composito. La relativa maggiore potenza della sorgente alogena utilizzata ( $1200 \text{ mW/cm}^2$ ) e il suo più ampio spettro d'emissione potrebbero spiegare la più completa foto polimerizzazione delle resine composite testate rispetto alla sorgente LED. Bisognerebbe però verificare se la fonte energetica di maggiore potenza produce anche una maggiore contrazione da polimerizzazione rispetto alla lampada LED. La contrazione del restauro durante la fase di polimerizzazione si verifica quando si accorcia la durata della fase iniziale, definita di "pre-gel", a favore di quella "post-gel", in cui è bloccata la mobilità delle catene, che non riescono così a scorrere e a ridistribuirsi nel composito in modo da assumere una forma tale da compensare la contrazione. Per cercare di contenere l'entità della contrazione da polimerizzazione, accanto alla foto polimerizzazione continua (tradizionale) sono state proposte e metodiche alternative: graduale, incrementale, a impulso. Quindi un ulteriore approfondimento potrebbe richiedere l'impiego di tecniche di foto polimerizzazione diverse da quella usata in questo studio preliminare sui materiali compositi. Andrebbe inoltre applicata una metodica per la valutazione del ritiro della resina. I risultati di

caratterizzazione meccanica hanno comunque mostrato che le lampade utilizzate per i tempi adottati non degradano i compositi testati, che mantengono in tutti i casi buone proprietà meccaniche. Dai risultati ottenuti si può concludere che le resine sottoposte alla lampada LED mostrano valori di proprietà meccaniche comunque accettabili per il loro impiego clinico.

Dunque la tecnologia LED può costituire una valida alternativa a quella alogena, che presenta una serie di inconvenienti, oltre a quello del ritiro del materiale. Infatti l'impiego di una fonte alogena non revisionata nel tempo produrrebbe un decremento delle qualità meccaniche con rischio di fallimento del restauro, in quanto è stato osservato che il filtro e il deflettore vanno incontro a un progressivo degrado provocato dalle alte temperature di esercizio e dal calore sviluppato durante l'uso. Del resto numerosi Autori hanno ottenuto risultati più che soddisfacenti studiando le proprietà meccaniche di resine composite foto polimerizzate mediante la tecnologia LED. La presenza di un diverso tipo di riempitivo sembrerebbe influenzare il tempo necessario al raggiungimento del massimo grado di polimerizzazione del composito trattato con la sorgente alogena sulla superficie direttamente esposta alla sorgente fotopolimerizzatrice. I compositi micro riempiti raggiungono alti livelli di polimerizzazione già dopo 10 secondi di esposizione alla sorgente luminosa, mentre a parità di lampada i nano – riempiti necessitano di tempi d'esposizione alquanto maggiori. Infatti, il composito ibrido dello spessore di 2 mm presenta mediamente sulla superficie direttamente raggiunta dalla sorgente alogena un valore di durezza Vickers di 52.3 dopo 10 secondi di foto polimerizzazione che si mantiene pressoché immutato prolungando l'esposizione a 20 secondi. Invece il materiale nano ceramico incrementa il suo valore di durezza da 56.1 a 59.5 HV raddoppiando il tempo di foto polimerizzazione. Ciò potrebbe essere legato alla quantità volumetrica percentuale del riempitivo presente rispetto alla resina perché, a parità di volume, è noto che è possibile disperdere una maggiore quantità di nano-particelle inorganiche nella matrice resinosa rispetto al riempitivo ibrido di maggiore dimensione. L'incremento di durezza Vickers è più significativo a livello della superficie non direttamente

raggiunta dalla luce alogena, mantenendosi pressochè costante il valore HV del composito A e aumentando da 33.0 a 45.1 la durezza Vickers del composito nano-ceramico, con conseguente incremento del grado di durezza che, per il composito Ceram-X Mono, passa da 0.59 a 0.76 raddoppiando il tempo di esposizione alla luce alogena. Campioni del medesimo spessore e dello stesso tipo di composito presentano un grado di durezza minore se trattati con la lampada LED, sia dopo 10 che dopo 20 secondi di esposizione.

## **Analisi delle caratteristiche meccaniche di tre compositi sottoposti a test di compressione**

I compositi utilizzati nei settori posteriori in estese cavità di I e II classe subiscono quotidianamente ingenti stress conseguenti a svariate attività funzionali e parafunzionali. Il test di compressione (creep test) e il modulo di elasticità (E) ben caratterizzano dal punto di vista meccanico il comportamento delle resine composite. In particolare, il modulo di elasticità rappresenta la rigidità relativa di un materiale nell'ambito del campo elastico. Più forte è l'attrazione fra le molecole che costituiscono il composito, maggiore sarà il valore del modulo elastico. Conoscendo che la resistenza a compressione dello smalto è di circa 348 MPa, in questa ricerca si è studiato le resistenze a compressione di tre differenti compositi assunti quali prototipi di un prodotto ibrido, di un microibrido e di un nano ceramico.

### **Materiali e Metodi**

Adoperando un'apposita dima, sono stati realizzati campioni di geometria cilindrica alti 5 mm e con diametro di 5.5 mm. I creep test sono stati eseguiti su 36 campioni: 12 realizzati con il composito ibrido, 12 con il microibrido e 12 con il nano ceramico. Sei campioni di ogni composito sono stati polimerizzati con lampada alogena adoperata in modalità "high power". Altrettanti identici campioni sono stati trattati con lampada LED, utilizzata sempre in modalità "rapida". Entrambe le superfici dei provini sono state polimerizzate per 20 secondi, per un tempo totale di azione della

fonte luminosa di 40 secondi. I puntali delle lampade sono stati posizionati a diretto contatto con il foglio trasparente di acetato posto al di sopra delle superfici da polimerizzare. Le prove di compressione sono state eseguite con il dinamometro universale della LLOYD Instruments LR 10K, dotato di cella di carico da 10 KN, adoperato con velocità di carico di 10 KN.

## **Risultati**

Se polimerizzati con lampada LED, il composito ibrido e il microibrido presentano una maggiore resistenza alla compressione e un più elevato modulo di elasticità. Il prodotto nano ceramico, caratterizzato dalle minori dimensioni medie del riempitivo, evidenzia maggiori valori se polimerizzato con sorgente LED. I valori dei creep tests superano i 200 MPa. Solo il composito ibrido presenta un valore di poco inferiore ( $196.6 \text{ MPa} \pm 3.2$ ) se polimerizzato con lampada LED. I moduli di elasticità sono alquanto simili, risultando compresi tra  $5.2 \pm 0.4$  e  $6.2 \pm 0.3$ .

## **Conclusioni**

A parità di tempo di esposizione e di modalità di rilascio della luce, la sorgente luminosa adoperata influenza la resistenza a compressione dei compositi analizzati, ma non in maniera significativa dal punto di vista clinico. I compositi ibrido e microibrido testati rispondono meglio all'azione della luce alogena. Il nano ceramico risulta più resistente alla compressione se polimerizzato con sorgente LED. Utilizzando una lampada LED è consigliabile non superare per ogni apporto i 2 mm di spessore e prolungare i tempi di foto polimerizzazione, in modo da migliorare le caratteristiche meccaniche dei compositi, specie quando necessita foto polimerizzare a distanza e si opera su pazienti sottoposti a terapia ortognatodontica, dovendo riabilitare aree sottoposte a notevoli stress.

## **Caratterizzazione delle proprietà meccaniche di cinque compositi sottoposti a test di usura**

Questa ricerca ha valutato sperimentalmente la resistenza ad usura di cinque compositi foto polimerizzati per 30 secondi con due differenti lampade, entrambe

adoperate in modalità continua e ad alta intensità, adoperando una particolare apparecchiatura sperimentale.

### **Materiali e Metodi**

I compositi utilizzati per questa sperimentazione, tutti del colore A2, sono stati: Ceram.X Mono (Dentsply), Filtek Supreme (3M Espe), Inten-S (Ivoclar – Vivadent), Miris (Coltene), Tetric EvoCeram (Ivoclar – Vivadent). Mediante appositi stampi sono stati realizzati per ogni tipo di composito otto campioni di forma cilindrica, del diametro di 12 mm e con altezza di 2,5 mm. Quattro provini di ogni tipo di composito sono stati esposti alla luce alogena della lampada Astralis 10 (Ivoclar Vivadent). Identici quattro campioni d'ogni resina testata sono stati foto polimerizzati con la sorgente LED Satelec, entrambe usate in modalità continua ad alta intensità per tempi fissi di 30 secondi. Un foglio trasparente di acetato è stato posto sopra i campioni al momento della foto polimerizzazione. Presso il Dipartimento di Chimica Industriale ed Ingegneria dei Materiali dell'Università degli Studi di Messina i 40 campioni sono stati sottoposti a test di usura adoperando una apposita apparecchiatura chiamata Pinondisk. Si è esercitata, mediante una punta in acciaio 316 L, fatta ruotare alla velocità di 120 giri al minuto, la pressione costante di 7,50 MPa. Ogni prova di usura è durata 30 minuti. Il decremento ponderale causato dall'azione della punta, indice della quantità di composito sottratto, ossia del grado di usura verificatosi, è stato misurato mediante una assai sensibile bilancia elettronica, per sottrazione tra il peso iniziale del singolo campione e il peso al termine dei 30 minuti della prova.

### **Risultati**

Per concerne i campioni sottoposti alla fonte alogena risulta che i compositi più recenti, caratterizzati da riempitivi nanometrici, resistono maggiormente alle prove di usura, indice di una minore usura funzionale. I compositi Inten-S e Miris evidenziano una minore resistenza al test di usura, perdendo più massa, espressa in milligrammi per milioni di cicli. Dai risultati ottenuti appare chiaro che a parità di tempi di utilizzo e di modalità di foto polimerizzazione la sorgente LED determina una minore resistenza all'usura per i compositi Inten-S, Tetric Evo Ceram e Miris.

## **Conclusioni**

Dai risultati ottenuti in questa ricerca si nota che a parità di tempo di esposizione alle due diverse fonti luminose, entrambe adoperate in modalità “high power”, i compositi Ceram.X e Filtek Supreme polimerizzati con lampada LED si usurano meno rispetto ai medesimi materiali convertiti con luce alogena. Gli altri tre compositi testati appaiono più resistenti se polimerizzati con luce alogena.

## **Misurazione dell’angolo di contatto di cinque adesivi smalto – dentinali**

In questi ultimi anni le ricerche riguardanti i sistemi adesivi smalto-dentinali hanno assunto sempre maggiore rilievo. Per ottenere l’adesione è necessario che l’adesivo entri in stretto contatto con il substrato ovvero sia in grado di distendersi in un film sottile e di “bagnare” sufficientemente la superficie dell’aderendo cioè lo smalto e la dentina. Questa qualità attiva i legami chimici ed elettrostatici e fa sì che le molecole coinvolte possano avvicinarsi a distanze dell’ordine di alcuni Angstrom. L’entità dell’adesione può essere validamente misurata dall’angolo di contatto di una goccia di adesivo sulla superficie dell’aderendo. Minore è l’angolo di contatto (al limite tendente a 0°), maggiore sarà la bagnabilità del sistema adesivo. Pertanto si è valutato sperimentalmente la capacità di adesione di cinque differenti sistemi adesivi, misurando gli angoli di bagnabilità.

## **Materiali e Metodi**

Misurando gli angoli di contatto è stata valutata sperimentalmente la capacità di adesione di cinque differenti sistemi adesivi: G-Bond (GC, gruppo A), Prime & Bond NT (Dentsply, gruppo B), AdheseSe (Ivoclar-Vivadent, gruppo C), Xeno III (Dentsply, gruppo D), Clearfil SE Bond (Kuraray, gruppo E). Presso il Dipartimento di Chimica Industriale ed Ingegneria dei Materiali dell’Università di Messina i cinque sistemi adesivi sono stati sottoposti a specifici test per misurare il loro angolo di contatto. Mediante una siringa da insulina si è prelevata una micro goccia di ogni

adesivo e la si è fatta cadere su un supporto in polimetilmetacrilato (PMMA) collegato ad una telecamera in grado di realizzare un fermo immagine registrato e analizzato dal computer. Per ogni sistema adesivo sono state effettuate 10 misure, di cui si è calcolata la media. Identiche micro gocce sono state depositate su minime cavità realizzate su denti non cariati estratti per avanzata malattia parodontale.

### **Risultati**

Il sistema adesivo Prime & Bond NT, l'unico non self etching tra i cinque prodotti testati, evidenzia costantemente l'angolo di contatto minore, con un valore medio di  $27^{\circ}.71 \pm 1.56$ . il G-Bond presenta mediamente un angolo di  $31^{\circ}.42 \pm 2.65$ . il Clearfil SE Bond  $37^{\circ}.22 \pm 2.63$ . L'Adhese  $42^{\circ}.22 \pm 1.82$ . Lo Xenio III  $45^{\circ}.93 \pm 2.71$ . Le immagini realizzate sui denti estratti confermano questi risultati. La statistica ANOVA ha evidenziato che le differenze riscontrate sono statisticamente significative essendo  $p = 0,000 < 0,05$ .

### **Conclusioni**

Per semplificare ulteriormente le procedure operative, ridurre il numero dei passaggi e far risparmiare forse qualche secondo al Clinico, più che per ovviare ai limiti dei sistemi total etching sono stati recentemente introdotti in commercio numerosi sistemi adesivi self etching. Essi tuttavia hanno presto generato significative perplessità circa la qualità dello strato ibrido creato e la reale capacità legante. I nostri dati confermano la persistente attualità degli adesivi non self etching, il cui prototipo garantisce angoli di bagnabilità minori rispetto ai più diffusi prodotti auto mordenzanti.

## **Pretrattamento dei perni in fibra: analisi al microscopio confocale**

La terapia endodontica comporta molto spesso una sensibile perdita di sostanza dentale che è causa di un importante indebolimento strutturale dell'elemento dentario. Ciò rende indispensabile l'ausilio di perni endocanalari in grado di sostenere la ricostruzione post-endodontica.

L'utilizzo dei mezzi estrinseci nel recupero morfologico e funzionale del dente trattato endodonticamente rappresenta una metodica ben codificata nei protocolli terapeutici conservativi e protesici; si ricorre all'impiego di tali sistemi quando la struttura dentale residua non è sufficiente da sola a garantire il successo nel tempo del restauro finale. L'impiego dei perni endodontici in fibra è uno dei temi cui la ricerca e il mercato si sono maggiormente dedicati in questi ultimi anni.

Il concetto fondamentale riguardo alle indicazioni per l'impiego dei perni, è che il perno rappresenta solo un mezzo per la ritenzione del core del restauro o del build-up qualora la sostanza dentale sia insufficiente: il perno non rinforza la radice ma, al contrario, può indebolirla a causa della alesatura necessaria per creare il post-space. Nel corso degli anni si è assistito a una progressiva evoluzione dei perni passivi non metallici (in fibra di carbonio, di vetro, di quarzo).

I perni metallici attivi sono oggi sconsigliati a causa della loro pericolosità sia in fase di inserzione, sia sotto carico poiché la loro azione di avvitamento nel canale potrebbe causare, se le pareti sono indebolite o la forza esercitata è eccessiva, una frattura radicolare. Inoltre la differenza in modulo di elasticità fra la dentina e la lega metallica fa sì che gli stress masticatori si scarichino completamente sulle pareti radicolari, con possibile effetto leva e conseguente rischio di frattura radicolare.

L'introduzione dei perni in fibra, comparsi per la prima volta in letteratura nel 1990 per merito di Duret, ha reso possibile la ricostruzione del dente, con materiali che abbiano un modulo di elasticità il più vicino possibile a quello della dentina, rendendo il sistema più omogeneo. Si parla infatti di monoblocco dentina – cemento – perno come risultato ideale. Tale monoblocco permetterebbe di assorbire al meglio gli stress masticatori e ridurre il rischio di fratture radicolari, il tipo di fallimento più comune nel caso siano stati utilizzati perni in fibra è infatti la de cementazione e non la frattura radicolare. I perni in fibra si possono classificare, in base al tipo di fibra impiegato, in perni in:

- carbonio
- vetro o silice

Essi sono costituiti da fibre unidirezionali pre-tensionate immerse in una matrice resinosa di tipo composito o epossidico. Le principali differenze fra i perni in carbonio e i perni in fibra di vetro o di silice riguardano il colore e le caratteristiche meccaniche: i perni in carbonio sono scuri, mentre i perni in fibra di vetro sono bianchi o traslucidi e quindi risultano più estetici, specie se utilizzati nei settori anteriori. Il vantaggio fondamentale dei perni traslucidi risiede nella capacità di trasportare seppur limitatamente la luce della lampada fotopolimerizzatrice in profondità nel canale, coadiuvando la polimerizzazione chimica del cemento composito auto foto polimerizzante (conduttanza del perno).

È indispensabile verificare la stabilità meccanica dell'interfaccia perno-cemento, attraverso la quale gran parte dello stress coronale si trasmette allo strato intermedio di cemento per arrivare, adeguatamente distribuita alle pareti radicolari. I perni prefabbricati attualmente in uso sono sprovvisti di strutture ritentive primarie: la morfologia superficiale e il legame con il cemento resinoso di fissaggio sono essenziali ai fini di una ottimale integrazione. Al fine di valutare l'efficienza della cementazione di perni endocanalari in fibra sono state condotte delle indagini sperimentali sulla loro morfologia superficiale; queste ultime hanno permesso di effettuare una comparazione morfologica della strutturazione dei perni. Numerosi recenti studi consigliano, per migliorare l'adesione dei perni in fibra ai cementi resinosi, il pretrattamento con differenti prodotti. Scopo del lavoro è stabilire quale tra i pretrattamenti di superficie sinora proposti risulti più utile nel migliorare l'adesione del sistema perno – cemento. Si è inoltre valutato se identici trattamenti producono uguali effetti su tutti i tipi di perni testati, ponendo una ipotesi nella di eguaglianza.

### **Materiali e Metodi**

Per esaminare e valutare i pretrattamenti di superficie dei perni testati è stata utilizzata la microscopia confocale. Il microscopio è uno strumento ottico atto a fornire immagini ingrandite di oggetti. In particolare, un'immagine confocale è un'immagine ottenuta sottraendo dal sistema di rivelazione la luce che non proviene

dal piano di fuoco principale del preparato. Ciò si ha inserendo nel percorso ottico un componente denominato pinhole. Nella microscopia metallografica, inoltre è necessario disporre in maniera rapida dell'immagine "live" dopo traslazione del tavolino. Per ottenere questo s'inserisce nel percorso ottico un dispositivo chiamato "disco di Nipkow" che ruota sul proprio asse alle levata velocità di circa 3000 giri/sec, consentendo l'acquisizione di un'immagine "live". Il "disco di Nipkow" è un insieme di pinholes posti sull'immagine primaria. La luce che passa attraverso i pinholes viene riflessa dal campione e ritorna ai pinholes. Siccome i pinholes sono posti sull'immagine primaria, viene trasmessa solo la luce riflessa dal campione sul punto di fuoco del disco. Questa genera l'effetto confocale in aggiunta all'utilizzo del disco di Nipkow si usa anche una sorgente luminosa con lunghezza d'onda decisamente inferiore rispetto alle normali sorgenti alogene utilizzate nella microscopia convenzionale. Infatti la luce proviene da una lampada a vapori di mercurio con una lunghezza d'onda di circa 330 nm (0,33  $\mu\text{m}$ ). Il potere di risoluzione, ovvero la capacità di un sistema ottico di separare due punti in maniera nitida, dipende dalla lunghezza d'onda della luce e dall'apertura numerica dell'obiettivo in uso. La formula è la seguente:  $R=0,61 \lambda / \text{A.N.}$ , dove: R=Risoluzione;  $\lambda$ =Lunghezza d'onda della luce usata; A.N. = Apertura numerica dell'obiettivo. Adoperando un microscopio confocale Lext OLS ((Olympus Laser Scanning), con risoluzione orizzontale di 0.12  $\mu\text{m}$  e risoluzione verticale di 0.01 $\mu\text{m}$ , si sono studiati la micro morfologia superficiale e i profili di rugosità di 6 differenti perni in fibra: Tech 2000 Xop (Isasan, Rovello Porro (CO), Italia), FRC Postec(Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), RelyX Fiber Post (3M-Espe, Seefeld, Germania), DT Light Post (Dentsply, St Egreve, Francia), Conical Post Black (Sogeva, Borgosatollo, Italia), Glassix Glass Fibre Post (Nordin, Brent, Svizzera). Tutte le immagini realizzate al Lext sono state elaborate con il software Image Pro Plus 3.0 Media Cybernetics. Questo programma permette l'elaborazione e l'analisi quantitativa e qualitativa di immagini con oltre 350 funzioni (elevatissima risoluzione e definizione dei colori, calcolo automatico di indici, diametri, aree,

analisi sensitometriche, filtri, zoom ed esaltazione dei contrasti). E' stato così possibile evidenziare tramite grafici la rugosità di superficie dei singoli perni. Questi grafici derivano dalla diversa densità esistente tra le fibre superficiali dei perni e la matrice resinosa nella quale le fibre sono immerse.

Per ciascuno dei sei tipi di perni studiati sono stati sottoposti alla sperimentazione 24 campioni prelevati randomicamente da 4 confezioni acquistate per il presente studio. Altri 4 perni di ogni tipo, nuovi e non sottoposti ad alcun trattamento, per un totale di 24 perni, sono serviti quali gruppo controllo. In totale quindi lo studio è stato condotto su 168 perni in fibra appartenenti a differenti categorie: perni in fibra di carbonio, in fibra di vetro, di quarzo, di composito rinforzato con fibre di vetro. Di essi 144 sono stati testati e 24 sono serviti da controllo. All'interno di contenitori in vetro, per tempi fissi di 10 minuti, 4 perni d'ogni tipo sono stati completamente immersi in bagno di:

- perossido d'idrogeno al 10 % (Angelini)
- perossido d'idrogeno al 20 % (Angelini)
- permanganato di potassio al 10 % (Merck)
- etossido di sodio al 10 % (Merck)

Ogni contenitore in vetro conteneva 10 cc delle sostanze adoperate nella presente sperimentazione. Ventiquattro ulteriori perni (4 di ogni tipo) sono stati trattati per 1 minuto con acido orto fosforico al 36 %. Si è quindi valutata a vari ingrandimenti la morfologia superficiale di 6 differenti tipi di perni pretrattati con 5 diversi prodotti: perossido d'idrogeno al 10% e al 20 %, permanganato di potassio al 10 %, etossido di sodio al 10% e acido orto fosforico al 36 %.

L'analisi statistica sul grado di rugosità misurato sulla superficie dei vari perni trattati (Mat) con i differenti prodotti (S) è stata effettuata utilizzando il test ANOVA a due vie. I due fattori sono stati il tipo di perno testato con sei livelli (Mat 1 = Tech2000Xop; Mat 2 = FRC Postec; Mat 3 = Relyx Fiber Post; Mat 4 = DT Light Post; Mat 5 = Conical Post Black; Mat 6 = Glassix Glass Fibre Post) e il tipo di

sostanza utilizzata con sei livelli (S1 = perossido di idrogeno al 10%; S2 = perossido di idrogeno al 20 %; S3 = permanganato di potassio al 10%; S4 = etossido di sodio al 10 %; S5 = acido orto fosforico al 36 %; S6 = gruppo controllo senza alcun trattamento). Per confrontare medie di più campioni, tenendo conto contemporaneamente di più variabili, è stato utilizzato il test statistico ANOVA a effetti fissi a due vie per campioni dipendenti. Come livello di significatività è stata utilizzata una  $P < 0.05$ .

## **RISULTATI**

Tutti i perni testati hanno evidenziato alterazioni superficiali dopo contatto per 10 minuti con le 4 sostanze utilizzate (S1 = perossido di idrogeno al 10%; S2 = perossido di idrogeno al 20 %; S3 = permanganato di potassio al 10%; S4 = etossido di sodio al 10 %) e dopo 1 minuto di trattamento con l'acido ortosforico al 36 % (S5). Nelle figure sono riportate le immagini piane, gli aspetti tridimensionali delle superfici trattate e i profili di rugosità di tutti i perni sottoposti allo studio, prima e dopo il trattamento con perossido d'idrogeno al 10% e con acido orto fosforico al 36 %. Si è riportata la morfologia superficiale di un perno in fibra di carbonio rinforzata Tech 2000 Xop prima e dopo il trattamento con acido orto fosforico al 36 % per il tempo di 60 secondi. Il medesimo perno, sottoposto per 10 minuti a pretrattamento con perossido di idrogeno al 10 %, evidenzia numerose alterazioni con immagini che suggeriscono l'avvenuta frammentazione e la dislocazione di alcune fibre all'interno della matrice resinosa. Sul perno in composito rinforzato con fibre di vetro FRC Postec il perossido d'idrogeno al 10 % produce alterazioni della morfologia superficiale, tali da suggerite il crearsi di numerose micro cavità ritentive. Il perno in fibra di vetro RelyX Fiber Post, sottoposto per il tempo standard di 10 minuti al contatto con il perossido di idrogeno al 10%, non mostra invece evidenti alterazioni a carico della sua superficie, che appare assai conservata. Si riporta l'immagine piana, l'aspetto tridimensionale e il profilo di rugosità superficiale del perno in fibra di quarzo DT Light Post sottoposto, all'interno di un contenitore in vetro, al contatto prolungato con 10 cc di perossido d'idrogeno al 10%. Le medesime condizioni

sperimentali producono per i perni in fibra di carbonio Millenium Plus Conical Black delle immagini riguardanti i perni in fibra di vetro Glassix Glass Fibre Post riportati in microfotografie. Risultati simili sono stati ottenuti ponendo i 6 differenti perni in fibra a contatto, sempre per 10 minuti, con il perossido d'idrogeno al 20 % con il permanganato di potassio al 10 % e con l'etossido di sodio al 10%. Sono state ottenute le immagini dei perni sottoposti per 1 minuto al contatto con l'acido orto fosforico al 36 % grazie all'osservazione al microscopio confocale. L'elaborazione mediante il software Image Pro Plus delle immagini ottenute ha permesso la rappresentazione grafica dell'interfaccia superficiale tra le fibre e la matrice in cui esse sono immerse. Le immagini ottenute hanno evidenziato l'orientamento delle fibre e la disposizione delle stesse lungo la superficie di ogni perno. Sono state osservate differenze tra i perni che non hanno la stessa composizione. In particolare, l'orientamento e la spaziatura delle fibre sono risultati più omogenei e uniformi nei campioni di perni in fibra di carbonio rispetto a quelli in fibra di vetro. Ciò è importante perché la spaziatura esistente tra le fibre orientate del perno, cioè la distanza che intercorre tra una fibra e quella parallela, determina in maniera rilevante il grado di adesione del perno al cemento. Si è inoltre valutato l'incremento della rugosità superficiale indotta dai differenti pretrattamenti sperimentati. Si sono riportate le medie e deviazioni standard dei risultati ottenuti.

Partendo dal valore base di rugosità superficiale di  $18,33 \pm 1,40$ , i perni in fibra di vetro RelyX hanno subito un incremento significativo del parametro "rugosità di superficie" dopo i 10 minuti di trattamento con perossido di idrogeno al 10 % ( $137,09 \pm 2,68$ ) e al 20 % ( $119,12 \pm 1,02$ ) con  $P < 0,01$ . Gli altri perni in fibra di vetro testati, i Glassix Glass Fibre, hanno subito un significativo aumento ( $P < 0.001$ ) del parametro rugosità se trattati con i perossidi di idrogeno (gruppo controllo:  $17,33 \pm 1,37$ ; perossido di idrogeno al 10%:  $109,45 \pm 2,49$ ; perossido di idrogeno al 20%:  $90,18 \pm 1,08$ ). Anche per i perni in fibra di carbonio Tech 2000 Xop e Millenium Plus Conical Black i 10 minuti di trattamento con i perossidi di idrogeno risultano assai efficaci, passando la rugosità superficiale da un valore medio di  $15,23 \pm 1,42$  a  $76,96$

$\pm 3,44$  e a  $73,59 \pm 3,55$  per i Tech 2000 Xop; da  $13,08 \pm 0,96$  a  $100,71 \pm 4,50$  e a  $113,05 \pm 1,07$  per i Conical Black ( $P < 0.001$ ).

Per i perni in composito rinforzato con fibre di vetro FRC Postec Plus risulta più efficace il trattamento per un minuto con acido orto fosforico al 36 %. Infatti, la rugosità superficiale passa dal valore  $34,23 \pm 1,07$  del gruppo controllo a ben  $122,31$  del gruppo S5 ( $P < 0,001$ ). Risultati simili sono prodotti dal trattamento per 10 minuti con permanganato di potassio al 10% (gruppo S3 =  $83,06 \pm 1,74$ ) ( $P < 0,001$ ) e con l'etossido di sodio al 10 % (gruppo S4 =  $83,96 \pm 2,45$ ) rispetto al controllo ( $P < 0,001$ ). Per i perni DT Light Post solo il perossido d'idrogeno al 10 % ha prodotto un incremento altamente significativo della rugosità rispetto al gruppo controllo ( $70.06 \pm 6.40$  e  $22.24 \pm 1,27$ ) ( $P < 0.001$ ).

Per ogni tipo di perno testato è riportato il valore P di confronto riferito ai 5 prodotti adoperati allo scopo di pretrattare i perni. La sesta colonna si riferisce ai dati concernenti il gruppo di controllo, costituito da perni nuovi e mai trattati. Si è valutato i risultati del confronto post test tra le medie delle rilevazioni effettuate nell'ambito dei sei gruppi di perni testati a contatto con le cinque sostanze adoperate per la presente ricerca. Si rigetta quindi l'ipotesi nulla, secondo la quale non vi erano differenze tra i differenti trattamenti effettuati.

## **DISCUSSIONE**

Dopo 10 minuti di contatto all'interno di appositi contenitori in vetro con il perossido d'idrogeno al 10% o al 20%, con il permanganato di potassio al 10 % e con l'etossido di sodio al 10% i sei differenti tipi di perni testati mostrano, all'analisi al microscopio confocale, alterazioni superficiali, con dislocazione e parziale disgregazione di una quota più o meno rilevante di fibre. Anche il contatto per un minuto con l'acido orto fosforico al 36% produce significative alterazioni e un incremento della rugosità di superficie.

Sebbene l'adesione nei canali radicolari rappresenti il punto più debole del restauro, anche l'adesione tra il perno in fibra e la resina composita utilizzata per la

cementazione va considerata. L'adesione dei perni in fibra ai compositi non può, infatti, affidarsi solo all'interazione chimica tra la superficie del perno e il materiale resinoso. Nel tentativo di incrementare l'interfaccia adesiva numerosi trattamenti di superficie sono stati recentemente proposti. Schematicamente tali trattamenti possono essere divisi in tre tipologie:

1. silanizzazione e/o applicazione adesiva
2. mordenzatura acida, sabbiatura e rivestimento con silice
3. tecniche di mordenzatura alternative

La silanizzazione e/o l'applicazione adesiva rappresentano il trattamento di superficie più investigato in letteratura. Solo poche informazioni sono invece disponibili per le tecniche di mordenzatura alternative o per quei trattamenti chimico-fisici di superficie che avrebbero lo scopo di incrementare e modificare l'area disponibile per l'adesione. Numerosi prodotti chimici, talune tecniche di laboratorio e alcuni procedimenti industriali sono stati valutati nel tentativo di trovare una possibile applicazione in Odontoiatria Restaurativa. L'assenza di un'interazione chimica tra le resine composite, che contengono metacrilati, e la matrice resinosa epossidica dei perni in fibra rappresenta la principale causa di debolezza del legame con i compositi. Diverse soluzioni e solventi risultano efficaci sulle resine epossidiche. Il pretrattamento di superficie della componente resinosa dei perni in fibra potrebbe risultare utile nel migliorare la loro adesione ai compositi che contengono metacrilati. In applicazioni industriali il permanganato di potassio è generalmente utilizzato per mordenzare le superfici delle resine epossidiche. Questo trattamento è stato testato su perni in fibra tralucanti, raccogliendo interessanti risultati. Allo stesso scopo abbiamo utilizzato il perossido d'idrogeno e l'ipoclorito di sodio che vengono comunemente impiegati nella microscopia elettronica immunologica per dissolvere parzialmente la superficie resinosa delle sezioni di tessuti immersi in resina epossidica durante le analisi con tecniche immunologiche. L'effetto mordenzante di questi prodotti chimici dipende dalla dissoluzione parziale della matrice resinosa attraverso l'ossidazione del substrato. Quando efficace, i trattamenti testati in questa ricerca hanno provocato la

rimozione di uno strato superficiale di resina epossidica, incrementando la rugosità superficiale ed esponendo un'area più ampia di fibre alla silanizzazione. Si sono così presumibilmente creati siti aggiuntivi per la ritenzione micromeccanica delle resine composite, in particolare, la mordenzatura con perossido d'idrogeno è risultata assai efficace sui perni in fibra di vetro e in fibra di carbonio, mentre il trattamento con acido orto fosforico al 36% va preferito quando si vogliono pretrattare dei perni in composito rinforzato con fibre di vetro.

## CONCLUSIONI

Le ricerche in vitro eseguite sui Materiali Dentari utilizzati nell'Odontoiatria Riabilitativa sono state realizzate al fine di valutare le proprietà meccaniche di resine composite, adesivi smalto dentinali e cementi endodontici, perni endodontici in fibra, polimerizzati con due differenti lampade: un'alogena (Astralis 10- Ivoclar Vivadent) e una lampada LED (MiniLED Satelec), entrambe adoperate in modalità continua ad alta intensità e differenti tempi di esposizione. Su opportuni campioni appositamente preparati sono state effettuati test di compressione, flessione, durezza Vickers, usura, usura dopo trattamenti con acidi (acido orto fosforico al 36%, perossido di idrogeno al 10%, perossido di idrogeno al 20%, permanganato di potassio al 10%, etossido di sodio al 10%), e analisi al microscopio elettronico a scansione (SEM) e confocale. L'analisi statistica è stata effettuata utilizzando il test ANOVA.

I risultati delle prove hanno indicato che la sorgente alogena utilizzata nella sperimentazione permette di raggiungere gradi di conversione maggiori e in tempi più brevi rispetto alla sorgente LED.

A parità di tempi di esposizione e di modalità di rilascio della luce, la sorgente luminosa adoperata influenza la resistenza a compressione dei compositi analizzati, ma non in maniera significativa dal punto di vista clinico. I compositi ibrido e microibrido testati rispondono meglio all'azione della luce alogena. Il nano ceramico risulta più resistente alla compressione se polimerizzato con sorgente LED. Utilizzando una lampada LED è consigliabile non superare per ogni apporto i 2 mm di spessore e prolungare i tempi di foto polimerizzazione, in modo da migliorare le caratteristiche meccaniche dei compositi, specie quando necessita foto polimerizzare a distanza e si opera su pazienti sottoposti a terapia ortognatodontica, dovendo riabilitare aree sottoposte a notevoli stress.

Si nota che a parità di tempo di esposizione alle due diverse fonti luminose, entrambe adoperate in modalità "high power", i compositi Ceram.X e Filtek Supreme

polimerizzati con lampada LED si usurano meno rispetto ai medesimi materiali convertiti con luce alogena. Gli altri tre compositi testati appaiono più resistenti se polimerizzati con luce alogena.

Nelle condizioni sperimentali adottate, la lampada alogena garantisce maggiori valori di micro durezza rispetto a una lampada LED utilizzata per identici tempi e con uguale modalità continua e incrementale. Sarebbe interessante valutare se questa preminenza si ha anche con i programmi pulsanti. Il grado di conversione delle resine composite testate è comunque tale da garantire il duraturo successo clinico dei restauri realizzati con entrambe le lampade foto polimerizzatrici, avendo cura di non superare i 2 mm di spessore. Nei campioni di maggiore spessore le osservazioni condotte sulle superfici opposte alle sorgenti luminose hanno dimostrato un progressivo decremento della durezza Vickers, pur prolungando i tempi di esposizione, quindi la completa polimerizzazione dei compositi testati indicata dai valori di durezza Vickers dipende più dallo spessore che dai tempi di irraggiamento.

Le generiche indicazioni sulla composizione del prodotto commerciale e le molteplici tecnologie di preparazione non permettono una correlazione precisa proprietà – struttura dei materiali analizzati. Per un'indagine più approfondita sarebbe necessario testare preparazioni di laboratorio, in cui sono noti all'operatore i parametri costitutivi di ogni singola resina composita valutata. L'analisi di questo aspetto, unito allo studio di modalità alternative di foto polimerizzazione, potrebbe portare a un'ulteriore ottimizzazione dei materiali impiegati in odontoiatria riabilitativa.

Per quanto riguarda i sistemi adesivi total etching sono stati recentemente introdotti in commercio numerosi sistemi adesivi self etching. Essi tuttavia hanno presto generato significative perplessità circa la qualità dello strato ibrido creato e la reale capacità legante. I nostri dati derivati dai test in vitro eseguiti confermano la persistente attualità degli adesivi non self etching, il cui prototipo garantisce angoli di bagnabilità minori rispetto ai più diffusi prodotti auto mordenzanti.

Per quanto concerne le analisi sui materiali dentari testati atte a valutare la rugosità di superficie dei perni endodontici in fibra trattati con differenti acidi si rileva che i

pretrattamenti dei perni in fibra possono aumentare la superficie utile all'adesione senza danneggiare il core del perno, associando alla ritenzione chimica una componente micromeccanica. Il trattamento più idoneo, in termini di sostanza applicata e tempo di contatto va selezionato in base alla natura del perno utilizzato.

Tutti i materiali dentari testati hanno rivelato caratteristiche meccaniche interessanti tali da poter essere usati in diverse condizioni cliniche.

Comunque, a nostro parere, tutti i materiali dentari testati possono essere migliorati perseguendo i seguenti obiettivi:

- granulometria più fine ;
- migliore manipolabilità;
- maggiore quantità di riempitivi;
- maggiore resistenza agli stress masticatori;

Pensiamo che non sarà difficile ottenere presto Materiali Dentari da utilizzare in Odontoiatria Riabilitativa di nuova generazione con le caratteristiche sopra menzionate.

## BIBLIOGRAFIA

1. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: a review of the current literature. *J Prosthet Dent* 1998;80:280-301
2. Piermjai M, Miyasaka K, Iwasaki Y, Nakabayashi N. Comparison of microleakage of three acid-base luting cements versus one resin-bonded cement for Class V direct composite inlays. *J Prosthet Dent* 2002;88:598-603.
3. Gerdolle DA, Mrtier E, Loos-Ayav C, Jacquot B, Panighi MM. In vitro evaluation of microleakage of indirect composite inlays cemented with four luting agents. *J Prosthet Dent* 2005; 93:563-70.
4. Anastasia M, Calderari G. *Materiali Dentari*. Roma: Antonio Defino Editore, 2002.
5. Suliman AA, Boyer DB, Lakes RS. Interferometric measurements of cusp deformation of teeth restored with composites. *J Dent Res* 1993;72:1532-6.
6. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dualcured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater* 2002;18:380-8.
7. Braga RR, Cesar PE, Gonzaga CC. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *J Oral Rehabil* 2002;29:357-62.
8. Hofmann N, Papsshar G, Hugo B, Klaudber B. Comparison of photo-activation versus chemical, or dual – curing if resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil* 2001;28:1022-8.
9. Irie M, Suzuki K. Current luting cements: marginal gap formation of composite inlay and their mechanical properties. *Dent Mater* 2001;17:347-53.
10. Vaidyanathan J, Vaidyanathan TK. Flexural creep deformation and recovery in dental composites. *J Dent* 2001;29:545-51.
11. Shinkai K, Suzuki S, Katoh Y. Effect of filler size on wear resistance of resin cement. *Odontology* 2001;89:41-4.
12. Peutzfeldt A. Dual-cure resin cements: in vitro wear and effect of quantity of remaining double bonds, filler volume, and light curing. *Acta Odontol Scand* 1995;53:29-34.
13. Lowell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dent Mater* 2001;17:504-11.
14. bergenholtz G, Cox CF, Loesche WJ, Syed SA. Bacterial leakage around dental restorations: its effect on the dental pulp. *J Oral Pathol* 1982;11:439-50.
15. Bergenholtz G. Effect of bacterial products on inflammatory reactions in the dental pulp. *Scand J Dent Res* 1977;85:122-9.
16. Rosental SF, Gaguff AG. Improving the cementation of complete cast crowns: comparison of statistic and dynamic seating methods. *J Am Dent Assoc* 1988;117:845-8.
17. Soresen JA. A standardized method for determination of crown margin fidelity. *J Prosthet Dent* 1990;64:18-24.
18. Degrange M, Cheylan JM, Samama Y. Prosthodontics of the future: cementing or bonding? In: Roulet JF, Degrange M (eds). *Adesion – the silent revolution in dentistry*. Chicaco: Quintessence 2000:277-301.
19. Hamaguchi H, Cacciatore A, Tueller VM. Marginal distortion of the porcelain – bonded-tp-metalcomplete crown: an SEM study. *J Prosthet Dent* 1982;47:146-53.

20. Reports of Councils and Bureaux: Revised American National Standards Institute American Dental Association Specification No 8 for Zinc-phosphate cement. *JADA* 1978;96:121.
21. Braga RR, Ferracane JL, Condon JR. Polymerization contraction stress in dual-cure cements and its effect on interfacial integrity of bonded inlays. *J Dent* 2002;30:333-40.
22. Sakaguchi RL, Berge HX. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. *J Dent* 1998;26:695-700.
23. Lim BS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Condon JR. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light – activation. *Dent Mater* 2002;18:436-44.
24. Simeone M, Lanza A, Rengo S, Aversa R, Apicella D, Apicella A. Inlay shading effect on the photopolymerization kinetic of a dental composite material used as bonding system in an indirect restoration technique. *Dent Mater* 2005;21:689-94.
25. Mc Leann JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J* 1965;119:251-67.
26. Adair PJ, Grossman DG. The castable ceramic crown. *Int J Period Rest Dent* 1984;4:32-5.
27. Malament KA, Grossman DG. The cast glass ceramic restoration. *J Prosth Dent* 1987;57:674-83.
28. Hobo S, Iwata T. Castable apatite ceramics as a new biocompatible restorative material I. Theoretical considerations. *Quintessence Int* 1985;2:135-41.
29. Fradeani M, Barducci G. Versatility of IPS empress restoration. Part II. Veneers, Inlays, Onlays. *J Esthet Dent* 1996;8(4):170-6
30. Magne P, Dietchi D, Holz J. Esthetic restoration for posterior teeth: Practical and clinical consideration. *J Period Rest Dent* 1996;16:105-16.
31. Abe Y, Lambrechts P, Inoue S et al. Dynamic elastic modulus of “packable” composites. *Dent Mater* 2001;17:520-5.
32. Attar N, Tam LE, McComb D. Flow, strength, stiffness and radiopacity of flowable resin composites. *J Can Dent Assoc* 2003;69:516-21.
33. Bala O, Uctacli MB, Unlu I. The leakage of Class II cavities restored with packable resin-based composites. *J Contemp Dent Pract* 2003;4:1-11.
34. Barceleiro Mde O, De Miranda MS, Dias KR, Sekito T Jr. Shear bond strength of porcelain laminate veneer bonded with flowable composite. *Oper Dent* 2003;28:423-8.
35. Bedini R, Andreasi Bassi M, Ioppolo P. Restoration of posterior teeth by means of silicone moulds: analysis of mechanical properties of a composite resin. *Rapporti ISTISAN* 2001;01/33:40.
36. Bonilla ED, Yashar M, Caputo AA. Fracture toughness of nine flowable resin composites. *J Prosthet Dent* 2003;89:261-7.
37. Braga RR, Hilton TJ, Ferracane JL. Contraction stress of flowable composite materials and their efficacy as stress-relieving layers. *J Am Dent Assoc* 2003;134:721-8.
38. Burgess JO, Walker R, Davidson JM. Posterior resin-based composite: review of the literature. *Pediatr Dent* 2002;133:229-31.
39. Ernst CP, Canbek K, Aksogan K, Willerhausen B. Two-year clinical performance of a packable posterior composite with and without a flowable composite liner. *Clin Oral Investig* 2003;7:129-34.
40. Fabianelli A, Goracci C, Ferrari M. Sealing ability of packable resin composites in class II restorations. *J Adhes Dent* 2003;5:217-23.

41. Frtin D, Vargas MA. The spectrum of composites: new techniques and material. *J Am Dent Assoc* 2000;131 Suppl:26S-30S.
42. Frankenberger R, Lopes M, Perdigao J et al. The use of flowable composites as filled adhesives. *Dent Mater* 2002;18:227-38.
43. Franz A, Konig F, Anglmayer M et al. Cytotoxic effects of packable and nonpackable dental composites. *Dent Mater* 2003;19:382-92.
44. Goldman M. Polymeization shrinkage of resin-based restorative materials. *Aust Dent J* 1983;28:156-61.
45. Haak R, Wicht MJ, Noack MJ. Marginal and internal adaptation of extended class I restorations lined with flowable composites. *J Dent* 2003;31:231-9.
46. Lee IB, Son HH, Um CM. Rheologic properties of flowable, conventional hybrid, and condensable composite resins. *Dent Mater* 2003;19:298-307.
47. Leinfelder KF, Bayne SC, Swift EJ Jr. Packable composites:overview and technical considerations. *J Esthet Dent* 1999;11:234-49.
48. Manhart J, Chen HY, Hickel R. The suitability of packable resin-based composites for posterior restorations. *J Am Dent Assoc* 2001;132:639-45.
49. Negri PL, Della Ventura, Eramo A. *Materiali dentari:propedeutica e clinica*. Firenze: Uses, 1992.
50. Opdam NJ, Roeters JJ, de Boer T et al. Voids and propisities in class I micropreparations filled with various resin composites. *Oper Dent* 2003;28:9-14.
51. Ritter AV. Posterior resin-based composite restorations: clinical recommendations for optimal success. *J Esthet Restor Dent* 2001;13:88-99. Review.
52. Sabbagh J, Vreven J, Leloup G. Dynamic and static moduli of elasticity of resin-based materials. *Dent Mater* 2002;18:64-71.
53. Say EC, Civelek A, Nobecourt A et al. Wear and microhardness of different resin composite materials. *Oper Dent* 2003;28:628-34.
54. Tyas MJ, Jones DW, Rizkalla AS. The evaluation of resin composite consistency. *Dent Mater* 1998;14:424-8.
55. Unterbrink GL, Liebenberg WH. Flowable resin composites as “filled adhesives”: literature review and clinical recommendations. *Quintessence Int* 1999;30:249-57. Review.
56. Wilson NH, Dunne SM, Gainsford ID. Current materials and techniques for direct restorations in posterior teeth. Part 2: Resin composite systems. *Int Dent J* 1997;47:185-93. Review.
57. Yip KH, Poon BK, Chu FC et al. Clinical evaluation of packable and conventional hybrid resin – based composites for posterior restorations in permanent teeth:results at 12 months. *J Am Dent Assoc* 2003;134:1581-9.
58. Manhart J, Kunzellmann KH, Chen HY. Mechanical properties of news composite restorative materials. *J Biomed Mat Res* 2000; 53:353-61.
59. Garcia AH, Lozano MA, Vila CJ. Composite resins. A reviews of the materials and clinical indications. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2006;11;215-20.
60. Stundervant’s. *Odontoiatria Conservativa: arte e scienza*. 3<sup>a</sup> ed. Padova: Piccin, 2004.
61. Golberg AJ, Burstone CJ. The use of continuous fiber reinforcement in dentistry. *Dent Mater* 1992;8:197-202.
62. Willems G, Lambrechts P, Braem M et al. A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. *Dent Mater* 1992;8:310-3.

63. Gallottini L, La Torre G. Attuali orientamenti sulle sorgenti luminose e sulle tecniche di polimerizzazione delle resine composite. *G It Cons* 2003;1:16-20.
64. Yap AU, Yap SH, Teo CK. Comparison of surface finish of new aesthetic restorative materials. *Oper Dent* 2004;29:100-4.
65. Anderlini G. *Moderni orientamenti per la restaurazione dentale*, vol. 4. Bologna; Martina ed. 1995.
66. Ausiello P, Davidson CL, Gallottini L, et al. L'evoluzione dei materiali compositi: da quelli tradizionali ai nano riempiti. *G It Cons* 2005;3:7-24.
67. Chisoli A, Bonato F, Mezzanzanica D et al. Analisi delle caratteristiche meccaniche di un composito dopo polimerizzazione con sorgenti luminose LED. *Il Dentista Moderno* 2004;22:64-7.
68. Yap AUJ. Effectiveness of polymerization in composite restoratives claimimng bulk placamento: impact of cavity depth and exposure time. *Oper Dent* 2000;25:113-5.
69. Reiyter IE, Oysaed H. Composites for use in posterior teeth:composition and conversion. *Biomed Mater Res* 1987;21:11-9.
70. Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effect on resin composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dent Mater* 2000;16:292-6.
71. Sobrinho L, De Goes MF, Consani S et al. Correlation between light intensity and exposure time on hardness of composite resin. *J Mater Sci Mater Med* 2000;11:361-4.
72. Mills RW, Jandt KD, Ashworth SH. Dental composite depth of cure with halogen and blue light emitting diode (LED) technology. *Br Dent J* 1999;186:388-91.
73. Bennet AW, Watts D. Performance of two blue light emitting diode dental light curing units with distance and irradiation – time. *Dent Mater* 2004;20:72-9.
74. Mills RW, Uhl A, Blackwell GB et al. High power light emitting diode (LED) arrays versus halogen light polymerization of oral biomaterials: Barcol hardness, compressiove strength and radiometric properties. *Biomater* 2002;23:2955-63.
75. Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB ET AL. Depht of cure and compressive strength of dental composite cured with blue light emitting diodes (LEDs). *Dent Mater* 2000;16:41-7.
76. Stahl F, Ashworth SH, Jandt KD et al. Light – emitting diode (LED) polymerization potential. *Biomater* 2000;21:1379-85.
77. Tsai P, Meyers IA, Walsh L. Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing lights. *Dent Mater* 2004;20:364-9.
78. Pereira JR, de Ornelas F, Conti PC, do Valle AL. Effect of a crown ferule on the fracture resi stance of endodontically treated teeth restored with prefabricated posts. *J Prosthet Dent* 2006;95:50-54.
79. Krejci I, Duc O, Dietschi D, de Campos E. Marginal adaptation, retention and fracture resi stance of adhesive composite restorations on devital teeth with and without posts. *Oper Dent* 2003;28:127-35.
80. Sadek FT, Monticelli F, Goracci C, Tay FR, Cardoso PE, Ferrari M. Bond streghth performance of different resin composites used a score materials around fiber posts. *Dent Mater* 2007;33:264-267.
81. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Cury AH, Coniglio I, Vulicevic ZR, Garcia-Godoy F, Ferrari M. The effect of sandblasting on adhesion of a dual-cured resin composite to methacrylic fiber posts:microtensile bond strength and SEM evaluation. *J Dent* 2007;35:496-502.

82. Magni E, Mazzitelli C, Papacchini F, Radovic I, Goracci C, Coniglio I, Ferrari M. Adhesion between fiber posts and resin luting agents: a microtensile bond strength test and an SEM investigation following different treatments of the post surface. *J Adhes Dent* 2007;9:195-202.
83. Monticelli F, Toledano M, Tay FR, Cury AH, Goracci C, Ferrari M. Post – surface conditioning improve interfacial adhesion in post/core restorations. *Dent Mater* 2006;22:602-609.
84. Dietschi D, Ardu S, Dossier-Gerber A, Kreicj I. Adaptation of adhesive post and cores to dentin after in vitro occlusal loading evaluation of post material influence. *J Adhes Dent* 2006; 8:409-19.