

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE ODONTOLOGIA
Departamento de Odontología Conservadora



**ESTUDIOS SOBRE EL ESTRÉS DE CONTRACCIÓN DE
LOS MATERIALES A BASE DE RESINA COMPUESTA**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

Alicia Miguel Calvo

Bajo la dirección del doctor:
José Carlos de la Macorra García

Madrid, 2001

ISBN: 84-669-2140-0

T 25210

Universidad Complutense de Madrid
Facultad de Odontología
Departamento de Odontología Consevadora



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE



5314024042

Estudios sobre el estrés de contracción de los materiales a base de resina compuesta

TESIS DOCTORAL

Alicia Miguel Calvo
Madrid, 2001



BIBLIOTECA

a.2647 1929



FACULTAD DE ODONTOLOGIA

Plaza de Ramón y Cajal, s/n.

Ciudad Universitaria

28040 Madrid

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

DEPARTAMENTO

DE ODONTOLOGIA CONSERVADORA

D. José Carlos de la Macorra García, Profesor Titular del Departamento de Odontología Conservadora de la Facultad de Odontología de la Universidad Complutense de Madrid

CERTIFICA

Que los estudios conducentes al trabajo titulado "**Estudios sobre el estrés de contracción de los materiales a base de resina compuesta**", han sido realizados en este Departamento por **Dña. Alicia Miguel Calvo**, bajo mi dirección, reuniendo dicho trabajo los requisitos que especifica la legislación vigente para ser presentado como Tesis Doctoral.

En Madrid, a 21 de Marzo de 2001.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'José Carlos de la Macorra García'.

Fdo.: Prof. Dr. D. José Carlos de la Macorra García



FACULTAD DE ODONTOLOGIA

Plaza de Ramón y Cajal, s/n.
Ciudad Universitaria
28040 Madrid

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

DEPARTAMENTO
DE ODONTOLOGIA CONSERVADORA

D. Alvaro Enrique García Barbero, Secretario del Departamento de Odontología Conservadora de la Facultad de Odontología de la Universidad Complutense de Madrid

CERTIFICA

Que en la reunión del Consejo del citado Departamento, celebrada el día 14 de Marzo de 2001, se autorizaron, por unanimidad, la defensa y lectura de la Tesis Doctoral "**Estudios sobre el estrés de contracción de los materiales a base de resina compuesta**", realizada en este Departamento por Dña. Alicia Miguel Calvo, bajo la dirección del Prof. Dr. D. José Carlos de la Macorra García, y la propuesta del Tribunal que se adjunta.

Propuesta del Tribunal

Miembro propuesto	Puesto	Departamento	Universidad
1 D. José Francisco López Lozano	Catedrático de Universidad Decano Fac. de Odontología	Prótesis Bucofacial	Complutense
2 D. Jorge Calderón García	Prof. Titular de Universidad	Odontología Conservadora	Complutense
3 D. Juan José Hidalgo Arroquia	Prof. Titular de Universidad	Odontología Conservadora	Complutense
4 D. Santiago González López	Prof. Titular de Universidad	Estomatología	Granada
5 Dña. Amparo Jiménez Planas	Prof. Titular de Universidad Jefe de Departamento	Estomatología	Sevilla
6 D. Agustín Pascual Moscardó	Prof. Titular de Universidad	Estomatología	Valencia
7 D. Alvaro Enrique García Barbero	Prof. Titular de Universidad	Odontología Conservadora	Complutense
8 D. José M. Navajas Rodríguez de Mondelo	Catedrático de Universidad	Estomatología	Granada
9 D. Carlos Canalda Sahli	Catedrático de Universidad	CC. Morfológicas y Odontoestomatología	Barcelona
10 Dña. Raquel Osorio Ruiz	Prof. Titular de Universidad	Estomatología	Granada

En Madrid, a 21 de Marzo de 2001.

Fdo.: Prof Dr. D. Alvaro Enrique García Barbero
Secretario del Departamento

INDICE

INDICE	1
DEDICATORIA	3
AGRADECIMIENTOS	5
FE DE ERRATAS	7
PRESENTACIÓN DEL TRABAJO	9
INTRODUCCIÓN	11
ESTUDIO DE LA POROSIDAD DE LOS MATERIALES A BASE DE RESINA	19
ESTUDIO DE LA POROSIDAD INTERNA EN LOS CEMENTOS DE RESINA COMPUESTA. AV ODONTOEST 13(5):315-321. 1997	23
POROSITY OF CEMENTS AND RESTORATIVE MATERIALS BASED IN RESIN AND ACID-BASE MODIFIED RESIN COMPOSITES. ACEPTADO PARA PUBLICACIÓN AM J DENT (1999)	33
ESTUDIO DE LA POROSIDAD DE LOS MATERIALES DE RESINA PARA CEMENTADO Y RESTAURACIÓN. DATOS SIN PUBLICAR.	45
ESTUDIO DE LAS TENSIONES QUE SE GENERAN DURANTE LA POLIMERIZACIÓN DE LOS MATERIALES DE RESINA COMPUESTA	61
A PREDICTIVE FORMULA OF THE CONTRACTION STRESS IN RESTORATIVE AND LUTING MATERIALS ATTENDING TO FREE AND ADHERED SURFACES, VOLUME AND DEFORMATION. PUBLICACIÓN PREVISTA DENT MATER 17(3):241-246. 2001	65
ONSET OF CONTRACTION IN COMPOSITE RESINS: STRESS BUILDUP. REMITIDO PARA PUBLICACIÓN	75
DISCUSIÓN	91
ESTUDIO DE LA POROSIDAD DE LOS MATERIALES A BASE DE RESINA	91
LOS ESTUDIOS DE POROSIDAD	91
EL MÉTODO EXPERIMENTAL	92
La magnificación empleada.....	94
Los campos estudiados.....	94
El almacenamiento de las muestras	94

LOS MATERIALES EMPLEADOS	95
ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS.....	95
ESTUDIO DE LAS TENSIONES QUE SE GENERAN DURANTE LA POLIMERIZACIÓN DE LOS MATERIALES DE RESINA COMPUESTA	97
ESTUDIO DE LAS TENSIONES DE POLIMERIZACIÓN CON MÁQUINAS DE PRESIÓN- TRACCIÓN.....	97
EL PROGRAMA INFORMÁTICO	98
LA DEFORMACIÓN DEL SISTEMA	99
LAS CONDICIONES DE LOS ENSAYOS.....	101
LOS MATERIALES EMPLEADOS	101
LAS CANTIDADES DE MATERIAL EMPLEADAS	103
LAS MUESTRAS PERDIDAS	107
LA FÓRMULA EXPERIMENTAL	108
EL RITMO DE APARICIÓN DE LAS TENSIONES	110
CONCLUSIONES.....	111
BIBLIOGRAFIA.....	113

DEDICATORIA

A mi madre, Isabel Calvo Tejero, con inmensa gratitud y como homenaje a una vida de entrega, generosidad y dedicación a sus hijos.

AGRADECIMIENTOS

Al director de esta Tesis Doctoral, el Prof. Dr. D. José Carlos de la Macorra García, por el importante y poco reconocido esfuerzo que supone el desarrollo de nuevas líneas de investigación, entre ellas las de los trabajos que aquí presentamos, y por su ayuda, aliento y paciencia a lo largo de toda mi trayectoria investigadora.

A Eduardo Hernández Moya, por ser la persona que más ha sufrido la realización de esta Tesis Doctoral. Gracias por el cariño y respeto demostrados.

A mis hermanos, Isabel, José Antonio y Javier, por el estímulo intelectual que su presencia supuso durante mi época de estudiante y por el estímulo vital que supone en la actualidad.

A los otros autores que han colaborado en los trabajos aquí presentados: José Carlos de la Macorra García, Elena Cabrera Jerónimo, Silvia Nevado Rodríguez, Alfredo Saralegui Calvo y Javier Gómez.

A Olga de Nero Beneítez, autora de la Tesis Doctoral "Estudio de la interfase diente/material de restauración mediante un modelo de perfusión simulada" cuyo innovador, y desde mi punto de vista, acertado formato de presentación he seguido en esta Tesis Doctoral.

A Nuria Escribano Mediavilla, investigadora de otra de las líneas que dirige el Prof. Dr. D. José Carlos de la Macorra García, por su ayuda y compañía en las largas horas de laboratorio y en cursos y congresos.

A los revisores de las revistas en las que se publicaron los trabajos presentados, por su labor en la mejora de los mismos.

Al Dr. G. Eliades por su colaboración en la edición de uno de los manuscritos que componen esta Tesis Doctoral.

A todos los que han facilitado y reconocido nuestro trabajo investigador, entre ellos:

-Al Ministerio de Educación y Ciencia por la financiación de esta línea de investigación mediante la concesión de una beca predoctoral.

-A las Sociedad Española de Odontología Conservadora (S.E.O.C.) que en su III Congreso nos premió como la mejor comunicación presentada por el trabajo "Estudio de

la microfiltración: modificación a un método” y con una Mención Honorífica al premio mejor artículo del año 1993 por “Las invaginaciones dentarias. Estudio de 127 casos” y en su V Congreso, como mejor comunicación científica de Operatoria Dental por la presentación “Estrés de contracción debido a diferentes factores de configuración. Un modelo experimental”.

-A las casa comerciales que nos han facilitado sus productos y en especial a los representantes en España de Ivoclar/Vivadent que además nos ayudaron en el desarrollo del software utilizado en muchos de nuestros trabajos.

-Al Departamento de Odontología Conservadora de la Facultad de Odontología de la Universidad Complutense de Madrid por las facilidades prestadas, con especial mención de M^a Carmen, Paloma y Silvia por su ayuda en el día a día.

A todos los aquí citados y a los que involuntariamente he podido olvidar citar, muchas gracias.

FE DE ERRATAS

En el artículo titulado *Estudio de la porosidad interna en los cementos de resina compuesta* hay que hacer los siguientes cambios:

-por un error de imprenta, se publicó sin indicar el lugar en el que deben insertarse las citas bibliográficas. Las hemos añadido a mano en la copia que aparece en esta Tesis Doctoral

-en la página 316 de la separata, en la tercera línea del penúltimo párrafo, donde dice "Sin embargo también hay suponer...", debería decir "Sin embargo también hay que suponer..."

-en la página 320, en la 9ª línea, donde dice "trabajos", debería decir "trabajo"

-en la bibliografía, en la cita 12, el año de publicación está incompleto (pone 198, y debería poner 1987).

La copia que aquí se presenta del artículo *A predictive formula of the contraction stress in restorative and luting material attending to free and adhered surfaces, volume and deformation* es una prueba de imprenta previa a su publicación que necesita las siguientes correcciones:

-en la primera página de la separata, en la segunda línea del tercer párrafo de la introducción, hay una referencia a la cita bibliográfica número "1", y debería ser a la "9"

-en la tabla número 1, que aparece en la página 2, hay que modificar:

-la palabra "Manufacturer" debe encabezar la tercera columna, no la segunda

-la palabra "Type" debe encabezar la cuarta columna, no la tercera

-la palabra "Batch" debe encabezar la quinta columna, no la cuarta

-en la sexta y séptima líneas de la cuarta columna, donde dice "luting resin cements", debería decir "luting composite resins"

-en la última línea de la cuarta columna, donde dice "luting resin cements", debería decir "luting resin modified glass ionomer"

-en la sexta página de la separata:

-debe eliminarse "4. Uncited References [9]"

-en la referencia bibliográfica número 10, donde dice "IADR 1998", debe decir "J Dent Res 1998; 77:639".

PRESENTACIÓN DEL TRABAJO

Esta Tesis Doctoral se presenta, en su mayor parte, en formato de publicaciones para revistas del ámbito odontológico, de acuerdo con las posibilidades de la reglamentación actual. Recoge nuestros trabajos sobre algunos de los factores que influyen en la polimerización de los materiales a base de resina compuesta, que hemos desarrollado en dos líneas de investigación.

La primera de ellas estudia la porosidad presente en estos materiales. En este texto está representada por el artículo "Estudio de la porosidad interna en los cementos de resina compuesta" publicado en la revista Avances en Odontoestomatología, el artículo "Porosity of cements and restorative materials based in resin and acid-based modified resin composites" aceptado para publicar en la revista American Journal of Dentistry en Octubre de 1999 y algunos datos sin publicar de nuestros últimos estudios en este campo. Los dos artículos de esta sección son el resultado de nuestros primeros pasos en el mundo de la investigación. Vistos desde la perspectiva actual, algunos de los métodos empleados en estos trabajos son imperfectos, pero creemos que deben estar presentes en esta Tesis Doctoral, ya que gracias a ellos aprendimos a desarrollar y a mejorar nuestras investigaciones eliminando los posibles errores.

Actualmente continuamos dedicándonos a este campo de investigación de manera paralela y con idénticos objetivos que los del resto de los trabajos que aquí presentamos. Incluimos los últimos resultados como "Datos sin publicar".

La segunda línea de investigación, que constituye el cuerpo principal de esta Tesis Doctoral, trata de las tensiones que se generan durante la polimerización de las resinas compuestas, y está formada por los artículos: "A predictive formula of the contraction stress in restorative and luting materials attending to free and adhered surfaces, volume and deformation" cuya publicación está prevista en la revista Dental Materials para Abril de 2001 y "Onset of contraction in composite resins: stress buildup" que se ha remitido para publicación a European Journal of Oral Science.

Todos los artículos publicados en inglés se acompañan de un resumen en español.

Las dos grandes secciones de esta Tesis Doctoral tratan, pues, de la contracción de polimerización de los materiales a base de resina. Una de ellas se encarga del análisis

de las tensiones que genera esta contracción de polimerización y la otra del estudio de uno de los factores que va a influir en que estas tensiones sean mayores o menores, que es la presencia de porosidad. El objetivo de ambas es el mismo, intentar comprender e interrelacionar algunos de los múltiples parámetros que van a determinar el comportamiento de los materiales de resina en la clínica. Las presentamos con este formato por que creemos que es el que refleja más fielmente el desarrollo como investigador del doctorando, objetivo principal de una Tesis Doctoral.

INTRODUCCIÓN

Las resinas compuestas que actualmente se utilizan en la clínica dental son materiales complejos formados por polímeros orgánicos reforzados con sustancias minerales ^{1,2,3}.

La resina que forma la matriz orgánica de estos materiales es, en la mayoría de los casos, una resina según la fórmula de Bowen (dimetacrilato complejo o Bis-GMA), dimetacrilato de uretano (UDMA) o derivados de estas dos resinas ^{1,4}, mientras que su relleno inorgánico lo constituyen partículas de sustancias minerales, como cuarzo, silicato de aluminio, vidrio de borosilicato, vidrio de bario, cerámica, fibras de vidrio, sílice fundida, etc ².

Según el tamaño de las partículas las resinas compuestas se dividen en:

-resinas compuestas de microrrelleno: son aquellas en las que el tamaño de partícula se sitúa de 0.04 a 0.1 μm

-resinas compuestas de macrorrelleno: granulometría superior a 0.1 μm

-resinas compuestas híbridas: están formadas por una mezcla de ambos tipos de partícula ^{2,4}.

Además del tamaño, la forma de las partículas también es variable, siendo la irregular la más extendida, sobre todo en las de macrorrelleno. En las de microrrelleno a menudo son redondeadas o esféricas ⁴.

La cantidad de relleno que contiene la matriz orgánica viene a representar un 70-80% del peso de la resina compuesta, salvo en el caso de las de microcarga en las que éste representa un 35-52% del peso ². En los cementos de resina compuesta el relleno supone un 36-77% del peso ⁵.

Para obtener la unión entre las partículas inorgánicas y la matriz orgánica la superficie de las primeras es silanizada. Los silanos mediante su terminación inorgánica reaccionan con la superficie de la partícula y mediante su grupo vinilo con los grupos metacrilato de la resina ².

Las resinas compuestas requieren, además de todo lo anterior, un sistema activador que les permita endurecer o polimerizar. Según este sistema distinguimos entre:

-resinas compuestas autopolimerizables o quimiopolimerizables: son aquellas que se presentan en dos componentes (iniciador y activador) que al mezclarse polimerizan

-resinas compuestas fotopolimerizables: contienen un compuesto químico que por la acción de la luz desencadena el fenómeno de polimerización ².

La composición de estos materiales se completa con una serie de sustancias estabilizadoras, inhibidores, pigmentos, etc, que permiten mejorar la conservación y la estética de la resina compuesta ⁴.

Las propiedades de estos materiales van a depender en gran medida del tipo de monómero que posean, de la cantidad y tamaño del relleno, de la calidad de la interfase matriz/relleno y del método que empleen para su polimerización ¹.

Para su utilización en clínica, las resinas compuestas se presentan en estado plástico con el fin de facilitar su colocación en cavidades, la reconstrucción de defectos dentarios y la cementación de restauraciones o aditamentos ortodóncicos. Una vez aplicadas, la resina que las compone va a endurecer o polimerizar por la activación que origina la mezcla de los dos componentes en el caso de las autopolimerizables o por la acción luz en el caso de las fotopolimerizables.

La polimerización de la matriz de resina va a conseguir que las moléculas de monómero que la forman se unan en moléculas mayores o polímeros. Los monómeros que hasta ese momento permanecían a una distancia promedio de 0.340 nm. (distancia de Van der Waals) al polimerizar se redistribuyen en el espacio reduciendo esta distancia correspondiente al espacio intermolecular a la del enlace covalente (0.154 nm.). Esta disminución de la distancia interatómica se traduce en una pérdida de volumen en la resina ^{4,6,7,8}.

Se ha calculado en laboratorio que la pérdida de volumen que experimentan estos materiales al polimerizar se sitúa entre un 1.35 y un 7.1% ^{9,10,11,12,13,14}.

Estas cifras son tan variables porque la cantidad de contracción que experimenta la resina depende de:

-el tipo de resina: cuanto mayor sea el peso molecular de los monómeros que la forman, menor será la contracción volumétrica que esa resina experimente al polimerizar ¹⁵. En la práctica podemos intuir el peso molecular de los monómeros de una resina por su fluidez: en general cuanto menor sea la viscosidad, menor será el peso molecular

⁶. Los monómeros de la resina Bis-GMA son de alto peso molecular lo que proporciona además de una menor contracción, una mayor rigidez y resistencia a la tracción y a la compresión que otras resinas ¹⁶.

-la cantidad de resina también determina el cambio volumétrico al polimerizar, de manera que a menor cantidad, menor contracción. La manera de reducir el contenido de resina en una resina compuesta es aumentando el porcentaje de relleno inorgánico ^{8,17}. El problema que presenta esta manera de reducir la contracción de polimerización es que para que el material final posea una viscosidad adecuada, cuando se quiere aumentar la cantidad de relleno se necesita resina de bajo peso molecular ³, que contrae más. El Bis-GMA, como decíamos antes, tiene un peso molecular que no permite la adición de grandes cantidades de relleno. Por ello se le añaden diluyentes, que son resinas de menor peso molecular, que van a permitir lograr un equilibrio entre las ventajas e inconvenientes que presentan el tipo y cantidad de resina y de relleno. Las más empleadas son el dimetacrilato de bisfenol A (BISMA), el etilenglicol dimetacrilato (EGDMA), el trietilenglicol dimetacrilato (TEGMA), el hidroxietil metacrilato (HEMA), el metilmetacrilato (MMA) y el dimetacrilato de uretano (UDMA) ^{1,3,6,16}.

-por último, el grado de conversión y entrecruzamiento del polímero influye en la contracción de polimerización. Así una menor conversión supone una menor pérdida volumétrica, pero como contrapartida también significa unas peores propiedades mecánicas ^{18,19,20}. En general cuanto menor sea la viscosidad, mayor es el grado de polimerización, porque una menor viscosidad permite una mayor movilidad de los monómeros. El porcentaje de conversión para composites posteriores se sitúa entre un 43.5 y un 73.8% ²¹.

Independientemente de su mayor o menor valor, la contracción de polimerización que experimentan todos los materiales de resina compuesta es uno de los principales problemas clínicos con que nos encontramos ²².

Hay que tener en cuenta que la pérdida de volumen del material cuando éste polimeriza en estado libre va a originar un estrés interno causado por aquella parte de la reacción que se produce una vez que el material ha adquirido rigidez. Si además se encuentra limitado por la adhesión a las paredes que lo rodean estas tensiones internas serán mucho mayores ^{23,24}. Este último supuesto es el que ocurre en clínica, ya que estos materiales mediante el grabado ácido y la hibridación o mediante silanización se

adhieren a las superficies dentarias y/o a la restauración, creándose, durante la polimerización, tensiones o estrés en el interior del material, del diente²⁵ y/o de la restauración cementada y en el peor de los casos un fracaso de la adhesión²⁶. Clínicamente esto se traduce por un empeoramiento de las propiedades mecánicas del material y del diente^{27,13} con posibles pérdidas marginales y *cracks* en el esmalte^{28,29}, sensibilidad postoperatoria^{13,23,27,28}, microfiltración marginal y caries recurrente^{23,13,17,29}.

El desarrollo del estrés debido a la contracción de polimerización es un proceso complejo²⁶. En los estadios iniciales la resina posee una cierta viscosidad que va a permitir la deformación sin daño para la estructura ni para la interfase³⁰. Esta deformación se conoce como flujo o *flow*. Al avanzar la polimerización, la rigidez aumenta y el *flow* disminuye hasta que el material alcanza lo que se ha denominado el punto de gel^{31,32}. A partir de este punto el estrés comienza a desarrollarse¹⁸. La dirección de progreso del estrés depende fundamentalmente de la fuerza de adhesión³³ y también, aunque en menor medida del grosor de capa³³, de la forma de la cavidad^{34,35}, de la velocidad^{34,35} y del grado de conversión polimérica³⁵ y en el caso de los materiales fotopolimerizables de la intensidad³³ y de la posición de la luz³⁵. Siempre se ha creído que los composites de polimerización química contraían hacia el centro y los fotopolimerizados hacia la luz^{28,34}. Sin embargo hoy en día se acepta que, si existe unión a las paredes, la distribución del estrés no depende del modo en que se inicie la polimerización de la resina³⁴, de manera que tanto en las resinas compuestas de polimerización iniciada químicamente como en las iniciadas por luz el patrón que nos encontramos es similar^{28,34,35}.

En ambas situaciones el estrés no se reparte uniformemente³⁶. Al contraer el composite hacia donde está adherido²⁸, se retrae hacia la cavidad originándose en las paredes laterales un aumento del estrés según nos alejamos del margen cavosuperficial y nos acercamos a las líneas ángulo, siendo estas zonas las de mayor concentración de estrés de la restauración³⁶.

Aunque la distribución del estrés es similar en las resinas compuestas auto y fotopolimerizadas la magnitud no es igual en ambas. Las fotopolimerizadas poseen un mayor estrés interno debido a la mayor velocidad a la que se produce la reacción³⁴.

A pesar de que la formación de tensiones, como acabamos de ver, es inevitable con el uso de las resinas compuestas actuales, existen una serie de fenómenos que ayudan a disminuir la magnitud de estas tensiones. Entre ellos podemos citar:

1-La deformación del diente

Los dientes se distorsionan, al ser sometidos a tensión, mediante deflexión cuspídea^{37,38,39,40,41}, que puede recuperarse posteriormente mediante hidratación del composite y del diente³⁷.

2-La absorción acuosa por parte de la resina compuesta^{7,23,42,43,44}

Este mecanismo de relajación del estrés se produce cuando se pone en contacto el material con humedad procedente del medio oral o del complejo dentino-pulpar. La tasa de relajación por absorción acuosa depende de:

- el tipo de resina: el volumen de agua que puede absorber un material está determinado por el contenido de monómeros hidrofílicos (como BisGMA/TEGMA, UDMA, HEMA) que posee^{42,45}

- el tipo de relleno: los de microrrelleno experimentan una mayor absorción acuosa⁴⁶

- la cantidad de resina y de relleno: a mayor cantidad de resina y menor de relleno más absorción acuosa³

- la interfase resina-relleno: si existen imperfecciones, éstas se convierten en canales de acceso para el agua⁴², por lo que la absorción acuosa es mayor

- la accesibilidad del agua⁴⁵: en el caso de las obturaciones la humedad provenirá del entorno oral y de la dentina. En los cementos ésta se obtendrá de la dentina y a través de la restauración⁴²

- el grado de conversión de la resina: cuanto mayor sea, menor número de grupos activos poseerá la resina y por tanto menor afinidad tendrá por el agua⁶.

- la temperatura del medio: la temperatura va a afectar a la densidad del medio en el que está bañada la resina compuesta y por tanto a la tasa de absorción-difusión de fluido en el polímero⁴⁵.

- la porosidad presente en el material⁴⁵.

Los inconvenientes que presenta este mecanismo de liberación del estrés son, en primer lugar, que es un mecanismo de acción tardío ⁴² (se calcula que tarda unos 7-14 días en contrarrestar todas o parte de las tensiones que origina la contracción de polimerización ^{37,38}), por lo que no actúa en los momentos iniciales ⁴⁷, que son los más críticos para el mantenimiento de la interfase, y en segundo lugar que a la vez que entra agua en el material componentes de la resina parcialmente curada y restos de monómeros pueden salir con lo que el material se degrada y empeora sus propiedades mecánicas finales ^{7,37,48}.

3-La deformación de la resina hacia las superficies adhesivas mientras se encuentra en estado plástico ^{24,26,32,49}.

En los estadios iniciales de la polimerización la red que van formando los monómeros de resina al unirse es débil, lo que permite, como comentábamos antes, un movimiento molecular que clínicamente se traduce en cierta viscosidad. La viscosidad del material en la fase inicial le permite fluir y adaptarse así a los cambios volumétricos que crea la contracción de polimerización sin daño para su estructura ni para la interfase ²⁶. La capacidad de fluir o *flow* de un material depende de múltiples factores, entre los que podemos citar:

3.1-Las características del material, en lo que se refiere a:

-cantidad y tipo de resina ⁵⁰: cuanto mayor sea la cantidad de resina que contiene el material y menor sea el peso molecular de sus monómeros, mayor será su fluidez.

-cantidad y tipo de relleno ^{50,27}: a menor cantidad y de menor tamaño, mayor fluidez.

-módulo elástico ^{27,51,52}: un módulo elástico alto indica que se trata de un material rígido que experimentará por tanto un *flow* menor.

-tipo de polimerización ^{26,49,53}: en lo que se refiere a la velocidad a la que ésta sucede. Cuanto más rápido se produzca la reacción, menores serán las posibilidades del material de deformarse y de liberar por tanto tensiones mediante su flujo. La fotopolimerización endurece el material en unos pocos segundos y bloquea enseguida este mecanismo de liberación de estrés.

3.2-La geometría de la cavidad

Cuando todavía se encuentra en estado plástico, el material fluye a costa de aquellas superficies en las que no se encuentra adherido a las paredes de la cavidad o a la restauración cementada, por lo que la cantidad de estrés que el material puede liberar mediante *flow* va a estar determinada por la extensión de la que dispone para deformarse.

En 1987 Feilzer y cols.⁵⁴ publicaron un trabajo en el que estudiaban *in vitro* el comportamiento tensional de materiales adhesivos en diferentes cavidades simuladas.

Concluían que la configuración de la cavidad, definida por el factor de configuración (C) que era el cociente entre las superficies adherida y no adherida o libre, predecía el comportamiento tensional del material colocado en ella, de manera que, para un mismo material, cuanto menor fuese el C, o lo que es lo mismo, cuanto mayor fuese la superficie libre de la cavidad en relación a la adherida, más podría fluir y liberar así tensiones. Este trabajo desde su publicación supuso un importante avance en el estudio de las tensiones de los materiales colocados en cavidades adhesivas porque introdujo la idea de que la liberación de dichas tensiones por medio del flujo del material no depende sólo de sus propiedades viscoelásticas, sino también de la configuración de la cavidad²⁶.

3.3-La presencia de porosidad

La porosidad está presente en mayor o en menor grado en todas las resinas compuestas comerciales⁵⁵. La superficie de los poros va a actuar como un área deformable que va a permitir el flujo del material y por tanto la liberación de tensiones^{56,57,58}.

Sin embargo no todo son beneficios, ya que la presencia de porosidad empeora las propiedades mecánicas y aumenta la absorción acuosa¹.

3.4-Otros factores.

En la capacidad de fluir de un material y de eliminar así parte del estrés que origina la contracción de polimerización, es posible que también intervengan factores como la humedad, la temperatura, la presión atmosférica..., que no han sido estudiados pero que en mayor o menor grado deben intervenir en todos estos fenómenos.

ESTUDIO DE LA POROSIDAD DE LOS MATERIALES A BASE DE RESINA

Cuando comenzamos a estudiar los materiales a base de resina nos centramos en uno de los factores que posiblemente más influyan en la liberación de tensiones originadas por la contracción de polimerización que es el de la porosidad ⁵⁶.

Como hemos comentado en la introducción, gran parte del estrés que se origina por la contracción de polimerización puede liberarse por el *flow* o deformación del material en las superficies libres o no adheridas. La superficie libre o no adherida de un material colocado en una cavidad no es solamente el área que no está en contacto con las paredes, que podríamos denominar superficie libre externa, sino también la periférica de los poros que contiene el material y que formaría una superficie libre interna ⁵⁹. Esta superficie libre interna tiene como ventajas respecto a la externa, en primer lugar, que no está determinada por la forma y el tamaño de la cavidad pudiéndose aumentar muy fácilmente, en segundo lugar, que se encuentra distribuida uniformemente a lo largo de toda la masa del material, en tercer lugar, que el aire atrapado, por la alta afinidad del oxígeno por los radicales libres del monómero, inhibe la polimerización ^{60,61}, por lo que es una superficie cuya capacidad de deformación es mayor en el tiempo y, por último, en el caso de los materiales fotopolimerizables, no se bloquea rápidamente por acción de la lámpara como le ocurre a la superficie libre externa ⁶² y por su distancia a la luz polimeriza en menor grado.

Los poros están presentes en todas las resinas compuestas ^{55,63}. Los materiales en los que la polimerización se activa por la mezcla de dos pastas poseen una porosidad media del 1-2% según unos autores ⁶⁴ y del 2-3% según otros, mientras que en los fotopolimerizados ésta es menor del 1% ^{55,65}.

La porosidad puede incorporarse al material durante su fabricación, al ser envasado, durante su permanencia en el envase y/o en su manejo en el clínica tanto al ser espátula-

do, en el caso de los materiales autopolimerizables, como al ser colocado en la cavidad ⁶⁴.

Los poros creados durante el proceso de fabricación o son muy pequeños ⁶⁴ o, según otros autores, los materiales ofrecidos por los fabricantes están libres de porosidad ⁶⁶ porque, aunque se incorporen burbujas, al estar la resina no polimerizada, el aire gradualmente se disuelve en el monómero ⁶⁷.

En el envase, el monómero de resina se encuentra saturado con oxígeno atmosférico disuelto en él a una presión de una atmósfera ⁶⁸, pero si éste contiene aire, este aire puede incorporarse al material al mover o agitar el envase.

Los materiales autopolimerizables necesitan la mezcla de sus dos componentes para poder ser utilizados en clínica. El espátulado va a introducir burbujas de aire en el material ^{4,63,66}, siendo este momento, según algunos autores ⁶⁷, aquél en el que más porosidad se introduce. Es por ello, como comentábamos al principio, que en los materiales de polimerización química el porcentaje de porosidad es mayor que en los fotopolimerizados ^{55,64,65}. La cantidad de porosidad que se incorpora durante el espátulado no parece depender de la técnica de mezcla ⁵⁶, sino más bien de la viscosidad del material, de manera que a mayor viscosidad, mayor dificultad de mezcla y mayor atrapamiento de aire ^{67,69}. Es por ello que cuando la temperatura es menor al aumentar la viscosidad aumenta también la porosidad ⁷⁰.

Por último, durante las maniobras de colocación del material en la cavidad, tanto sea auto como fotopolimerizable, se pueden incorporar vacíos en él ^{69,71}. Durante este proceso más que porosidad interna en el material lo que se originan son defectos de llenado de las cavidades con atrapamiento(s) de aire en ellos. Para evitar estos defectos los autores recomiendan la aplicación del material con jeringa ^{64,67,72,73,74}. Sin embargo, el uso de jeringa puede aumentar la porosidad interna al incorporarse aire del interior de la jeringa por la presión que se ejerce en ella ⁶⁶ y también por la presión al romperse poros grandes en pequeños ⁷².

Independientemente de cómo se produzca la porosidad en el material, sus efectos, aunque van a ser beneficiosos en lo que se refiere a la liberación de tensiones originada por la contracción de polimerización, en otros aspectos van a ser negativos ⁷¹ ya que empeoran las propiedades mecánicas del material ^{4,55,61,73}, disminuyendo su resistencia

a la fractura ⁶¹, su resistencia compresiva ⁶⁵, su resistencia a la fatiga ⁷¹ y su resistencia a la abrasión ^{61,71,75}. Además, si los poros en cuestión se localizan en la superficie, ésta va a ser más rugosa ⁶³, pudiéndose originar inflamación gingival y dificultades en el pulido ⁵⁵, facilitándose el acúmulo de restos que van a decolorar la superficie ⁷¹ y comprometiéndose, por tanto, la estética de la restauración⁴. Si se localizan en el margen cavitario, la adaptación marginal va a ser peor ⁶² lo que puede originar microfiltración ⁷¹ y caries recurrente.

Los efectos negativos de los poros parece ser que, más que de su presencia o no y de su número, dependen de su tamaño (son peores los de mayor tamaño) ⁶³. Sin embargo no existen estudios específicos sobre que cantidad y/o el tamaño de poros que son óptimos para que, sin afectarse en demasía las propiedades del material, se liberen parte de las tensiones que se originan en la contracción del material. Además si tenemos en cuenta que un material con tensiones acumuladas también tiene peores propiedades, debe existir una cantidad y tipo de porosidad óptima que hoy en día no conocemos.

Teniendo en cuenta todas estas consideraciones, nuestro primer trabajo de investigación, inspirado en el de Alster y cols ⁵⁶, estudiaba la presencia de porosidad en cementos de resina compuesta. Con él (Estudio de la porosidad interna en los cementos de resina compuesta. Avances en Odontoestomatología. 13(5):315-321. 1997) pusimos en marcha una metodología para el estudio de los poros presentes en materiales ya polimerizados.

Estudio de la porosidad interna en los cementos de resina compuesta

Miguel A*, Saralegui A**, De la Macorra JC***

RESUMEN

La presencia de porosidad en los cementos de resina compuesta se cree que puede tener una influencia beneficiosa en el desarrollo del estrés de contracción durante el curado de dichos materiales. Se realiza una observación con microscopio estereoscópico de la porosidad que afecta a cinco materiales distintos (Variolink (Vivadent), Indirect Porcelain System Dentist Bonding Kit (3M), Porcelite Dual Cure (Kerr), Varioultra (Vivadent) y Sono-Cem (Espe)), estudiando el número de poros y su radio, calculándose el área que, para cada material, aportan las burbujas. Encontramos diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,01$) entre las áreas totales que dichas burbujas suponen.

SUMMARY

Porosity actually present in resin cements can have a benefic influence on stress development during curing. We study such porosity in five materials (Variolink (Vivadent), Indirect Porcelain System Dentist Bonding Kit (3M), Porcelite Dual Cure (Kerr), Varioultra (Vivadent) and Sono-Cem (Espe)), measuring the number and radius of the pores and calculating the area that, in each material, such pores add. We find differences ($p < 0.01$) between total areas.

* Odontóloga. Master en Odontología Conservadora (U.C.M.)

** Odontólogo. Master en Odontología Conservadora (U.C.M.)

*** Médico-Estomatólogo. Profesor Titular

Departamento de Odontología Conservadora. Facultad de Odontología. Universidad Complutense. Madrid.

Miguel A, Saralegui A, De la Macorra JC. Estudio de la porosidad interna en los cementos de resina compuesta. Av Odontostomatol 1997; 13: 315-21.

INTRODUCCION

La demanda de restauraciones más estéticas y la cada vez más fuerte creencia de la toxicidad del mercurio de las amalgamas de plata ha llevado a un aumento del uso de restauraciones de color dentario tanto de cerámica como de composite.^{1,2}

Una de las principales ventajas de las restauraciones cementadas frente a las grandes restauraciones de resina es la reducción de los problemas asociados a la contracción de polimerización, ya que el grueso de la polimerización se produce extraoralmente.^{3,4}

El éxito de estos inlays, onlays o carillas estéticos

depende en gran medida del material que se utilice para su cementado. Actualmente los cementos de resina compuesta de polimerización dual son los materiales de elección para este tipo de restauraciones^{1,2,4} (), aunque en el cementado de las carillas pueden utilizarse los cementos de resina compuesta fotopolimerizables.⁵

Estos materiales poseen importantes ventajas respecto a los cementos tradicionales, como son el color, la adhesión a tejidos dentarios y a diferentes materiales, la menor solubilidad y las mejores características mecánicas. Además, al ser foto y autopolimerizables, los tiempos de trabajo se adecuan más a las necesidades clínicas,^{6,7} pues se asegura que las porciones de cemento que

inicialmente han recibido baja intensidad de luz puedan ser polimerizadas por la reacción química retardada.⁸

Pero estos cementos también presentan inconvenientes entre los que se encuentra el hecho de que durante su polimerización sufren un cierto grado de contracción.⁹

Esta contracción de polimerización va a generar un estrés que, contrariamente a lo que se pensó en un principio, es bastante considerable⁴ y que puede conducir al fracaso de la unión si no es contrarrestado adecuadamente.

Gran parte del estrés debido a la contracción de polimerización puede liberarse mediante el "flow" o deformación de las superficies libres o no adheridas del material. Dicha capacidad de deformación de las superficies libres permite que la masa de resina se desplace, mientras está en estado plástico, hacia las zonas adheridas. El grado de flow viene determinado por, entre otras cosas, la relación existente entre la superficie externa (libre o no adherida) del material y la superficie adherida.¹⁰ En 1.987 se describió por Feilzer y colaboradores¹² el factor de configuración "C", definido por la fórmula

$$C = \frac{\text{superficie adherida}}{\text{superficie libre}}$$

Cuanto mayor sea esta relación, más alto será el factor de configuración y menor deformación se permitirá al cemento durante su polimerización. Es un parámetro que permite predecir el comportamiento de un material adherido, cuando su polimerización se produce en bloque, atendiendo a la forma -configuración- de la cavidad que lo aloja.

Sin embargo en las restauraciones rígidas adhesivas el cemento ocupa un espacio en el que la superficie adherida es muy grande y la superficie no adherida o libre muy pequeña (Figura 1), es decir el espacio de cementación tiene un factor de configuración muy desfavorable -o-, lo que es lo mismo, muy alto- que va a dificultar al cemento la posibilidad de deformarse y de evitar la formación de las tensiones internas.¹²

Hay otros factores que influyen en el comportamiento del estrés, como son la deformación del diente, el grosor y flexibilidad del cemento, el desarrollo de la adhe-

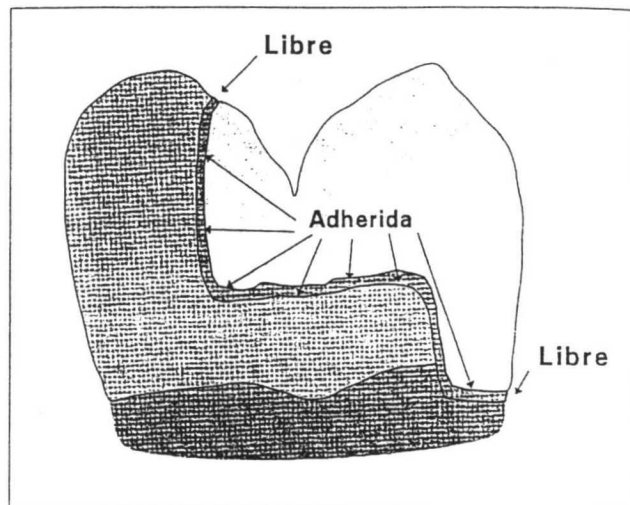


Figura 1: Idealización de la disposición de las caras libres y adheridas en el espacio cementante de una incrustación de clase II.

sión en relación a la polimerización,¹³ la expansión higroscópica¹⁴ y la porosidad.³

Este último factor de compensación del estrés, la porosidad que se incorpora al cemento durante el proceso de fabricación o durante su mezcla en clínica, posee gran importancia porque se ha demostrado, in vitro, que origina un aumento considerable de la superficie libre o no adherida del material.³ A diferencia de la superficie libre externa, que se bloquea rápidamente porque polimeriza enseguida por acción de la luz,¹⁵ esta superficie libre interna está uniformemente distribuida por toda la masa de cemento y polimeriza en menor grado por su distancia a la luz y/o por la presencia de oxígeno, de manera que es una superficie que el cemento puede utilizar para deformarse y reducir el estrés, lo que ayudaría al mantenimiento de la integridad marginal de las restauraciones adhesivas.

Se deduce de todo lo anterior que la presencia de porosidad en el material es un hecho favorable ya que ayuda a liberar tensiones. Sin embargo también hay suponer que los poros empeoran las propiedades mecánicas y estéticas, y por tanto el comportamiento a largo plazo del mismo.

Por el importante papel que desempeña la porosidad presente en los cementos de resina compuesta se realizó una observación con microscopio estereoscópico de la presente en cinco marcas comerciales.

MATERIAL Y METODO

Se utilizaron cinco cementos de resina: Variolink (Vivadent), Indirect Porcelain System Dentist Bonding Kit (3M), Porcelite Dual Cure (Kerr), Varioultra (Vivadent) y Sono-Cem (Espe), siendo estos dos últimos de los que requieren la utilización de ultrasonidos para su manejo.

De ellos se eligieron los colores más oscuros, para facilitar su visualización, y en el caso del Variolink, que se presenta fluido y viscoso, se usaron las dos consistencias.

Los cementos fueron espatulados, siguiendo las instrucciones del fabricante, por tres operadores diferentes, colocándose cada una de las mezclas sobre un porta de microscopía. Posteriormente se situó un cubre que se aproximó al porta presionando con un peso (1Kg) constante con el objeto de que la distribución fuese uniforme. Su grosor se midió mediante un calibre micrométrico digital (Mitutoyo Digimatic Caliper CD15B, Inglaterra).

Se fotopolimerizaron por sectores con una lámpara Translux CL (Kulzer) a una distancia de 0 mm (en contacto con el cubre) durante el tiempo indicado en cada caso.

De esta manera se obtuvieron 18 muestras (3 de cada cemento). Mediante un microscopio estereoscópico Olympus y una cámara Olympus PM-6 con película Ektacrome 100 ASA (Kodak) se obtuvieron cuatro microfotografías rectangulares de cada muestra: tres campos periféricos y uno central. Esta distribución se decidió debido a que en las observaciones preliminares se detectó una diferencia de porosidad entre los campos periféricos y los centrales.

Las diapositivas obtenidas se proyectaron en un área fija de pantalla observándose a un aumento adicional de 294X. En cada una de las 72 proyecciones se contó el número de poros y se midió su diámetro.

Para transformar estas medidas a las reales, con el mismo microscopio, la misma cámara y a los mismos aumentos con los que se habían fotografiado las muestras se fotografió una regla milimetrada, proyectándola posteriormente y hallando de esta manera la relación existente entre las medidas realizadas en un principio y las medidas reales, en milímetros.

A partir de las medidas reales de los radios y mediante la fórmula del área de la superficie de una esfera, se determinó la superficie de cada poro. Sumando estas áreas se obtuvo la superficie que representaban los poros en cada una de las muestras estudiadas.

El estudio estadístico comparativo entre las áreas que representan los poros en las diferentes marcas se realizó con un análisis de la varianza y la prueba de Newman-Keuls.¹⁶

RESULTADOS

Los resultados obtenidos son los que se observan en la tabla I. Las barras unen los cementos con resultados estadísticamente iguales ($p < 0,01$).

Tabla I

	NÚMERO BURBUJAS	RADIO MEDIO MICRAS (D.E.)	AREA TOTAL (μ^2)
Vlk viscoso	711	7,814 (0,42)	8237,94
Vlk fluido	1054	7,414 (0,55)	9167,52
Kerr	748	9,240 (0,54)	10755,47
3M	700	12,382 (0,92)	20943,35
V ultra	824	13,489 (0,75)	24586,23
Sonocem	383	20,923 (1,09)	26836,55

Si representamos gráficamente estos resultados (Figuras 2, 3 y 4) observamos más claramente las diferencias existentes.

Así:

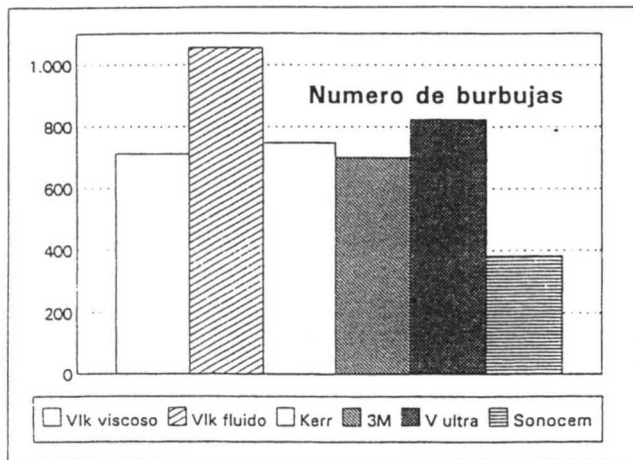


Figura 2: Representación gráfica del número de burbujas presentes en cada material.

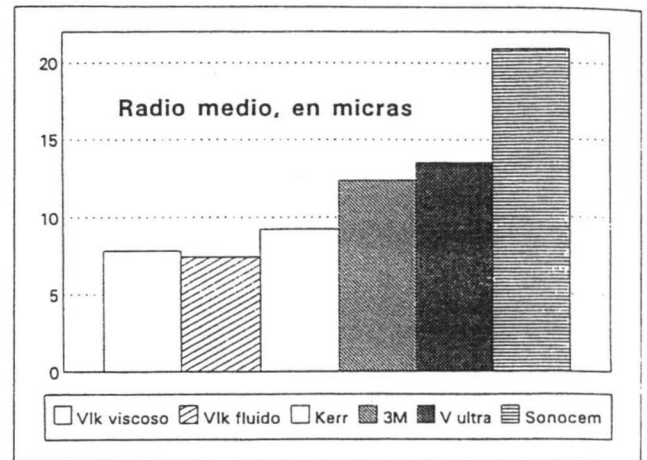


Figura 3: Representación gráfica del radio medio (en μ) de las burbujas presentes en cada material.

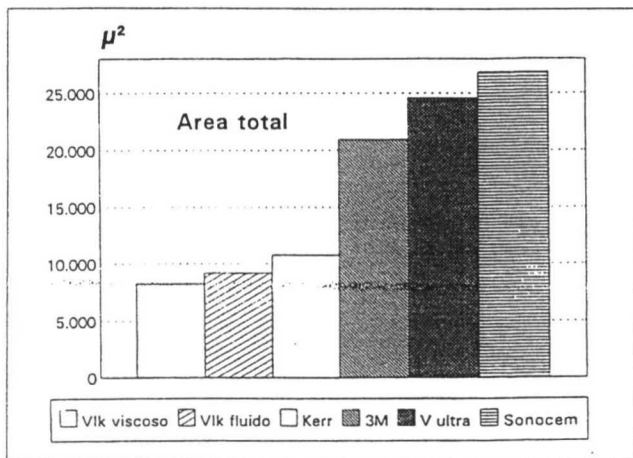


Figura 4: Area total (en micras cuadradas) que representan las burbujas en cada material estudiado.

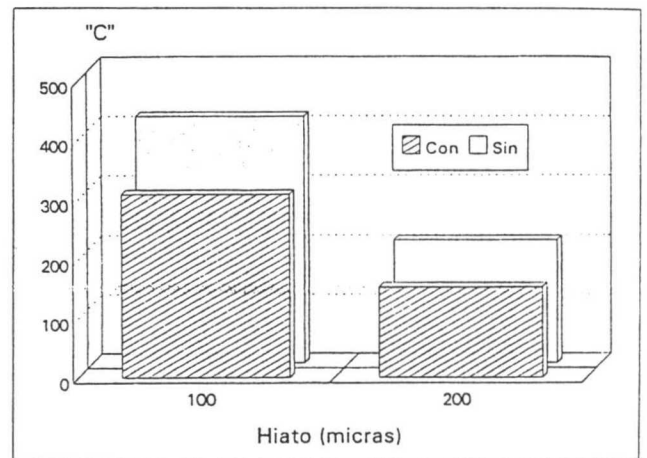


Figura 5: Variaciones sufridas por el factor de configuración, en un material con o sin burbujas, para unos hiatos de 100 ó 200 μ .

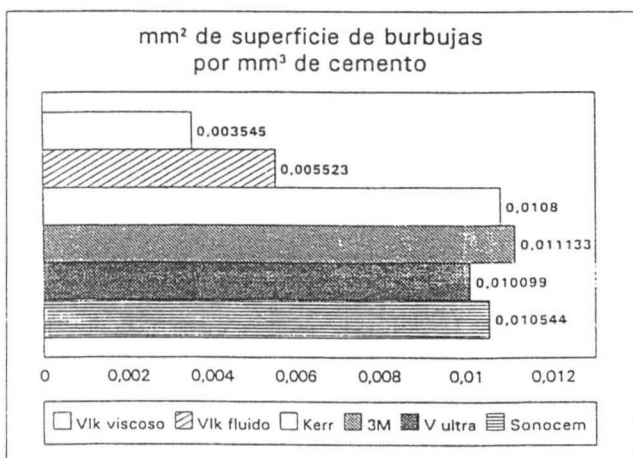


Figura 6: Representación del parámetro mm² de superficie de burbujas/mm³ de volumen de cemento, para los distintos cementos.

- El Variolink viscoso presenta unos poros de muy poco tamaño, en cantidad media y que forman una superficie libre interna pequeña.
- En el Variolink fluido el número de poros es muy alto, el tamaño muy pequeño y el área que suponen es también pequeña.
- En el cemento de Kerr los poros aparecen en cantidad media y tanto el tamaño como la superficie que forman son pequeños.
- En el cemento de 3M el número, el tamaño y la superficie son medias.
- El Varioultra posee una superficie libre interna gran

de formada por un número abundante de poros de tamaño medio.

- Y el Sono-Cem tiene una porosidad escasa de tamaño muy grande y que forma la mayor superficie libre interna de todos los cementos observados.

DISCUSION

Los cinco cementos estudiados son cementos de resina compuesta duales, aunque el Indirect Porcelain System Dentist Bonding Kit (3M) puede también utilizarse como exclusivamente fotopolimerizable si no se añaden los productos autopolimerizables presentes en el juego.⁵

Estos cementos son resinas compuestas con monómeros multifuncionales y rellenos en un 55-70% de su peso.⁹ El relleno es inorgánico y muy variado tanto en lo que se refiere a la composición como al tamaño, forma y contenido de partícula.^{4,2,4} Básicamente es el mismo que en las resinas de restauración pero se reduce su cantidad para conseguir menor viscosidad y permitir así la adaptación adecuada de las restauraciones.⁵

El mecanismo de fraguado de estos materiales es dual y consiste en la activación de la polimerización por la mezcla del peroxido de benzoilo y una amina terciaria (curado químico) y por la activación del peróxido de benzoilo iniciada por la interacción de la canforoquinona y la luz azul (fotocurado).⁹

En el presente trabajo se ha realizado un estudio morfológico de la porosidad presente en cinco marcas comerciales de cementos de resina porque, tal como se expone en la introducción, esta porosidad interna aumenta la superficie libre del cemento y por tanto su capacidad para deformarse y liberar así las tensiones originadas por la contracción de polimerización.

Según las observaciones realizadas el cemento que posee una mayor superficie libre interna es el Sono-Cem, seguido del Varioultra y del cemento de 3M.

El que las observaciones se hayan hecho después de la polimerización nos hace pensar que los poros observados ya se han modificado al haberse, supuestamente, dilatado, de manera que lo que hemos constatado es una superficie libre interna ligeramente mayor que la que existe antes de la polimerización y que es la que real-

mente aportan los poros al cemento para la liberación de tensiones. Este hecho de todas formas no invalida los resultados, porque los datos que hemos obtenidos son comparativos entre unas marcas y otras, debiendo ser las diferencias constantes entre antes y después de la polimerización, ya que se trata de materiales con una composición similar. Además, la discriminación instrumental seguramente no diferencia márgenes tan pequeños.

Recientemente¹⁷ se ha determinado el volumen que ocupa el cemento en una incrustación clase I y el factor de configuración de este espacio de cementado cuando el hiato es de 100 y de 200 µm (tabla II).

Tabla II. Intervalos de confianza del factor "C" de configuración

HIATO (MICRAS)	INTERVALO (P<0,01)
100	415,48±75,95
200	207,74±37,98

Utilizando estos datos calculamos cómo la presencia de poros afecta a este factor de configuración (tabla III). Observamos (Figura 5) que la porosidad presente en los cementos de resina compuesta consigue disminuir el factor de configuración en un 25% en las incrustaciones clase I con un hiato de 100 µm y en un 26% cuando el hiato es de 200 µm.

Tabla III. Factores "C" de configuración modificados por la presencia de burbujas

	100 MICRAS	200 MICRAS
Vlk viscoso	362,14	179,53
Vlk fluido	337,93	167,63
Kerr	286,79	142,43
3M	284,08	141,09
V ultra	292,67	145,33
Sonocem	288,91	143,47
media	308,75	153,25

La disminución descrita del factor de configuración es un suceso favorable porque facilita al cemento la posibilidad de deformarse y de restringir las tensiones internas. Con los datos experimentales es imposible predecir si el cambio en el factor de configuración es suficientemente importante para tener trascendencia clínica. En el rango en el que nos movemos es de suponer que no.

El único acercamiento a este tema que hemos encontrado es el trabajos de Alster y colaboradores³, que estudia la relación entre la porosidad y el estrés de varios cementos. En él se crean unas resinas experimentales con diferentes grados de porosidad y entre otros parámetros se determina el área que aportan los poros por mm³ de resina. Los resultados obtenidos por nosotros (Figura 6) son mucho menores que los citados de Alster y colaboradores (1992), lo que nos hace pensar que los cementos de uso clínico son muy diferentes de las resinas utilizadas en este estudio. En dicho trabajo se demuestra que, en efecto, existe una relación entre el área de los poros y el estrés que se produce durante la polimerización.

La ausencia de otros estudios que permitan determinar qué nivel de porosidad es el adecuado para permitir la liberación de tensiones originadas por la contracción de polimerización sin afectar significativamente las propiedades mecánicas y estéticas del material, nos impide indicar cual de los cementos estudiados es el más adecuado. Sería necesaria para ello la realización de otros trabajos cuyo fin sea la determinación de la función y comportamiento exacto de la porosidad presente, real o inducida, en los cementos de resina compuesta.

CORRESPONDENCIA

Prof. Dr. J.C. de la Macorra
Departamento de Odontología Conservadora
Facultad de Odontología
Universidad Complutense
Plaza de Ramón y Cajal s/n
28040 Madrid.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Peutzfeld A. Effect of the ultrasonic insertion technique on the seating of composite inlays. *Acta Odontol Scand* 1994; 52: 51-55.
- 2.- Inokoshi S, Willems G, Van Meerbeek P, Lambrechts M, Braem M, Van Herle G. Dual-cure luting composites. Part I: filler particle distribution. *J Oral Rehabilitation* 1993; 20: 133-146.
- 3.- Alster D, Feilzer AJ, De Gee A, Mol A, Davidson CL. The dependence of shrinkage stress reduction on porosity concentration in thin resin layers. *J Dent Res* 1992; 71: 1619-1622.
- 4.- Rees J, Jacobsen PH. Stressed generated by luting resins during cementation of composite and ceramic inlays. *J Oral Rehabilitation* 1992; 19: 115-122.
- 5.- CRA Newsletter. Cementos de resina. Actualización 1993; 7.
- 6.- Albers HF. Indirect bonded restoration supplement. In: *Bonded tooth colored restoratives*. Santa Rosa; Alto Books, 1989; 101.
- 7.- Lambrechts P, Inokoshi S, Van Meerbeek B, Willems G, Braem M, Van Herle G. Classification and potential of composite luting material. In: *State of the art of the Cerec-method*. Abstracts of International Symposium on computer restoration. Quintessenz. Verags-Gmgh. Berlin-Chicago-Tokio, 1991, citado por Inokoshiet al. (1993) (2).
- 8.- Rueggeberg FA, Caughman WF. The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resins cements. *Op Dent* 1993; 18: 48-55.
- 9.- Jacobsenb PH, Rees JS. Luting agents for ceramic and polymewric inlays and onlays. *Int Dent J* 1992; 42: 145-149.
- 10.- Davidson CL, De Gee AJ. Relaxation of polimeration contraction stressed by flow on dental composites. *J Dent Res* 1984; 63: 146-148.
- 11.- Davidson CL. Resisting the curing contraction with adhesive composites. *J Proshthet Dent* 1986; 55: 446-447.
- 12.- Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res* 198; 66: 1636-1639.

- 13.- Dietschi D, Magne P, Holz J. An in vitro study of parameters related to marginal and internal seal of bonded restoration. *Quint Int* 1993; 24: 281-291.
- 14.- Segura A, Donly KJ, Croll TP. The effect of polymerization shrinkage during veneer placement. *Quint Int* 1992; 23: 629-632.
- 15.- Zuelling-Singer R, Krejci I, Lutz F. Effect of cement-curing modes on dentin bonding of inlays. *J Dent Res* 1992; 71: 1842-1846.
- 16.- Carrasco JL. *El método estadístico en la investigación médica.* Ed Ciencia 3, 1983.
- 17.- Gómez Martínez S, de la Macorra García JC. Factor de configuración en cavidades de clase I y II en molares y erosiones cervicales simuladas. Datos sin publicar.

Este línea de trabajo la continuamos con nuestro segundo artículo (Porosity of cements and restorative materials based in resin and acid-modified resin composites. Enviado en Octubre de 1999 al American Journal of Dentistry y aceptado para publicación en Octubre de 1999).

En él utilizamos más variedad de materiales, en el primero todos eran cementos de resina y ahora se incluyen materiales de resina y vidrio ionómero, de restauración y de cementado.

Además modificamos algunos aspectos del método experimental. En el primer trabajo, tras las primeras observaciones, creímos detectar subjetivamente diferencias entre los campos periféricos y los centrales de las muestras, pero posteriormente no lo comprobamos. Esta comprobación sí la incluimos ahora.

Otro problema que encontramos en nuestro método experimental inicial es el hecho de que al tener las muestras diferentes grosores, en las observaciones con el microscopio lo que vemos únicamente son los poros de la capa más superficial. Si relacionamos los poros que detectamos con el volumen de material estamos cometiendo el error de no incluir en el recuento aquellos poros que presentes en esa cantidad de material no tenemos en cuenta porque se salen del enfoque de nuestro microscopio. Por este motivo en este artículo nos referimos al área de superficie de poro por área de material en vez de por volumen de material, que aunque es un dato quizás algo menos informativo, es más correcto.

Porosity of cements and restorative materials based in resin and acid-base modified resin composites

Alicia Miguel, BDS, Jose C de la Macorra, PhD, Silvia Nevado, BDS, Javier Gómez, BDS.

ABSTRACT: *Purpose:* Porosity, present in many materials, creates an internal free surface that eases the flow and the liberation of tensions that appear during the polymerization. Our objective is to quantify this internal free surface in various resin cements and glass ionomer based materials. *Materials and Methods:* Materials tested were Nexus fluid (NXF) and viscous(NXV), Vitremer (VTM), Fuji IILC (FII), Vitremer Luting Cement (VLC), Dyract (DYR) and Compoglass (COM). Samples (n=5) were made of each material between two microscopic glasses under same weight. With a transmitted light microscopy we studied four zones of each sample, finding the number of pores per mm² (NP), the average radius of pores (RP), the ratio of total area of surface of pores (μ^2) to area (mm²) of surface of specimen (TA) and the ratio of total volume of pores (μ^3) to area (mm²) of surface of material (VP). *Results* Median test was used. NP: NXV, NXF and DYR have smaller NP than VTM and FII and (likely) than VLC ($p > 0.0000001$). RP is smaller for DYR than for VLC and (likely) than for NXV ($p = 0.00019$). TA: NXV, NXF and DYR have smaller TA than VTM, FII and VLC ($p < 0.0000001$). VP: NXV and DYR have smaller VP than FII and (likely) than VTM and VLC ($p < 0.0000001$).

CLINICAL SIGNIFICANCE: Though it has been demonstrated that the internal porosity is directly related with contraction stress, it has not been yet measured in clinical situations, nor its influence on other clinical parameters has been established. Our data show that there are important differences in the content of pores in the materials studied: the ratio of total area of pores (μ^2) to area (mm²) of surface of specimen (TA) is higher for resin-modified glass ionomer materials (VTM, FII and VLC).

INTRODUCTION

Resin based cements are the most widely used materials for the cementation of aesthetic inlays, onlays and veneers¹. These materials are a mix of monofunctional monomers with a variable amount (55-70% w/w) of filler having many possible sizes, forms and compositions. Its amount is reduced in relation to restorative resins, in order to decrease viscosity and allow better adaptation of the rigid restoration to cavity^{1,2}. Among its advantages are: colour, adhesivity to dental tissues and other materials, lesser solubility, improved mechanical characteristics and the possibility of light or dual cure^{3,4,5}. But they have some disadvantages, among which is the polymerization contraction².

Resin-modified glass ionomers are very popular materials due to their easy handling and acceptable tooth colour matching, used as cements or as restorative materials. As resin is a part of the material, they support also polymerization contraction. Such curing contraction will generate stress in the material, the tooth and/or the interface⁶, and if it is not properly resisted or counteracted will lead to a failure in the restoration.

There are some phenomena that help to minimize this stress: tooth deformation⁷, hygroscopic expansion⁸ and deformation of the resin towards the adhesive surface(s) during the plastic stage of curing. This deformation, also known as "flow", is possible thanks to the existence of "free" or non-adhered surfaces⁹, and allows the mass of resin to adapt to the new volume while it is possible. Degree of flow depends upon characteristics of material, environment and the relation of adhered to non-adhered surfaces. This ratio is also known as

"configuration factor" (C)^{10,11}, and is defined by the formula $C = \text{adhered surface} / \text{free surface}$.

In this relation, to facilitate the flow and the liberation of tensions the free surface should be as big as possible, always in the limits of clinic.

The free surface of a restoration is the sum of the free external surface (the one that is not in contact with any adhesive surface) and the free internal surface (the one created by the internal porosity of the material). Whilst the amount of external free surface is determined by the clinical commandments -in other words, by the cavity configuration- and is quickly blocked by light curing¹², the free internal surface is not limited by the configuration of the space that accommodates the material, is uniformly distributed along the mass of the cement and is blocked later because of its distance(s) to the light. Besides, because of the presence of oxygen in the pores, their effective diameter is larger, as the curing of the most internal layer will be inhibited. In this way, the internal free surface would help in reducing stress by increasing flow in the initial critical stages.

This idea was proposed by ALSTER *et al.*¹³ in a publication of a work in which they used experimental resins with different amounts of artificial porosity, determining the area that the pores supposed in each mm³ of resin, and studying the relation between porosity and stress. Their results were that there is a direct relation between the area of pores and the stress during polymerization, concluding that the presence of such pores is beneficial in order to reduce the stress.

It is also important to realize that porosity probably deteriorates the mechanical properties, lowers the fatigue resistance of the material, accelerates the wear, facilitates superficial

decoloration and causes gingival inflammation *via* accumulation of plaque^{14,15,16}

In this paper we study the pores present in some materials, namely resin cements and resin-modified glass ionomers restorative materials and cements.

MATERIALS AND METHODS

Specimen preparation

We used one resin cement in its two viscosities and five materials (restorative and luting) based on glass ionomer and resin (Table I).

Table 1. materials used

Material		Manufacturer
Nexus (fluid and viscous)	NX (F & V)	Sybron/Kerr
Vitremer	VTM	3M
Fuji II LC	FII	GC
Vitremer Luting Cement	VLC	3M
Dyract	DYR	DeTrey/Dentsply
Compoglass	COM	Ivoclar/Vivadent

Following carefully the instructions, one operator prepared five samples of each material and placed them over microscopic glasses. Over each we placed a glass microscopic cover under a constant weight of 1Kg, thus obtaining disks of material of different thicknesses.

When needed, curing was carried out with a lamp (Translux CL, Kulzer) at a distance of 0mm (in contact with the glass cover) during the time specified by the manufacturer.

With a transmitted light microscopy (Laborlux D, Leitz, Wetzlar), a Leitz camera with Ektachrome 100 ASA film, an histologic calibrator (10 μ each intervall) (Leitz Wetzlar, Germany) and a blue filter (Kenco C-12), we obtained four rectangular microphotographic slides of each sample (Fig 1), three peripheral and one central. This distribution was decided because in the preliminary laboratory work we detected different degrees of porosity between peripheral and central areas. Areas 1 to 3 where separated 120° each other and as close to outer bonds of specimen disk as possible. Area 4 was central.

Slides were projected, and the number and diameter of all pores in each one were hand counted and measured.

Analysis of results

Definition of parameters

Parameters to be studied were the number of pores per mm² of surface of material (NP), the average radius (μ) of pores (RP), the ratio of total area of surface of pores (μ^2) to area (mm²) of surface of specimen (TA) and the ratio of total volume of pores (μ^3) to area (mm²) of surface of specimen (VP).

Exploration of data

Normality (Shapiro-Wilk) and homogeneity of variance (Levene) tests were applied to all parameters because both

assumptions (normality and homocedasticity) are critical if data are to be explored with parametric tests.

Distribution of pores in fields studied in same materials

To find if there are distinct distribution of parameters in fields of the same specimen, Kruskal-Wallis test was applied on all materials.

Comparison between materials

Because not all data followed a normal distribution and the Levene homocedasticity test determined that variance differed significantly between groups, median tests were applied to find if there were any statistically significant difference in the distribution of data around the general medians of all four parameters.

RESULTS

Description of parameters

Results are showed in Table 2 and Fig. 2 (NP), Fig. 3 (RP), Fig 4 (TA) and Fig. 5 (VP). In all Figures, the general median of pooled data is shown for reference.

Table 2. m= mean, md= median, min= minimum value, max= maximum value

		m	md	min	max
RP (μ)	COM	10.7	9.8	0	25
	DYR	1.4	0	0	11.7
	FII	10.8	11	8.3	12.6
	NXF	11.6	13.9	0	22
	NXV	11.8	14	0	23.4
	VLC	12.6	12.2	9.8	16.9
	VTM	10.6	10.7	5.9	14
NP	COM	39.6	24.3	0	244.8
	DYR	2.4	0	0	39.8
	FII	147.1	143.7	100.7	230.8
	NXF	4	3.4	0	12.3
	NXV	3.2	2.2	0	8.8
	VLC	40	39	22.8	58.9
	VTM	172.7	155.7	106.7	277.3
TA (μ^2/mm^2) ($\times 10^3$)	COM	58.6	33.6	0	28.9
	DYR	3.8	0	0	68.2
	FII	215.1	222	120.7	347.1
	NXF	12.8	10.5	0	38.4
	NXV	10.3	7.7	0	60
	VLC	78.4	78.3	45.7	152.8
	VTM	243.4	255.5	80.9	398
VP (μ^3/mm^2) ($\times 10^3$)	COM	284.8	100.6	0	198.2
	DYR	14.4	0	0	265.2
	FII	787.5	837.8	334.4	1275.4
	NXF	73.1	37.3	0	235.6
	NXV	59.7	42.6	0	467.5
	VLC	399.9	307.4	151.8	785.3
	VTM	899.2	941.3	159.9	1601.6

Exploration of data

Levene's test for homogeneity of variance shows that, in all parameters, the variance differs significantly ($p < 0.0001$) between groups. Shapiro-Wilk's normality tests showed there are some materials with data not following normal distributions (Table 3).

Distribution of pores in fields studied

Fig 1: Vitremer sample. Orig. mag.: 100x

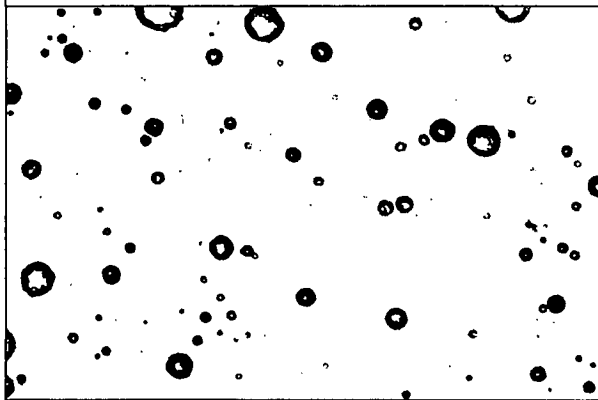


Fig 2: NP (number of pores / mm2 of material's surface)

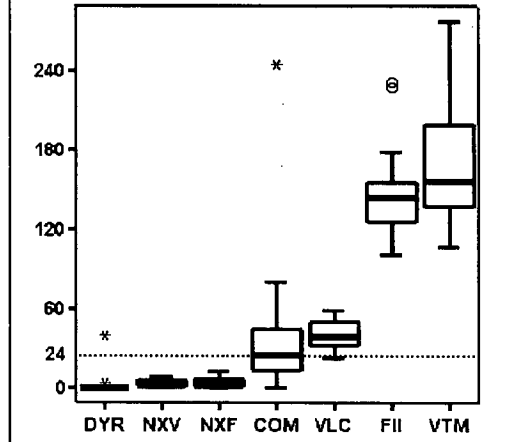


Fig 3: RP (average radius (um) of pores)

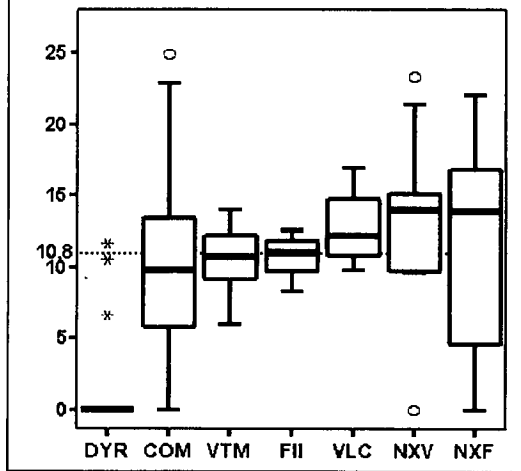


Fig 4: TA (ratio of total area (um2) of pores to area (mm2) of surface of specimen)

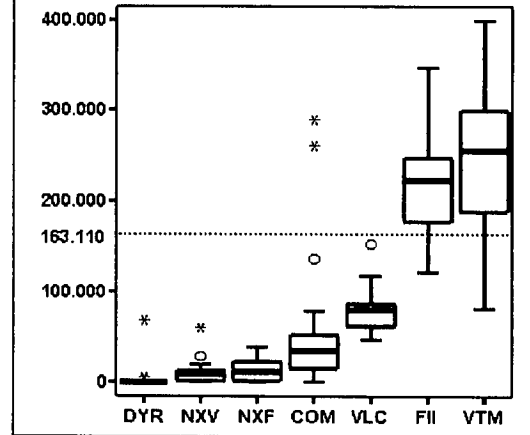


Fig 5: VP (ratio of total volume (um3) of pores to area (mm2) of surface of specimen)

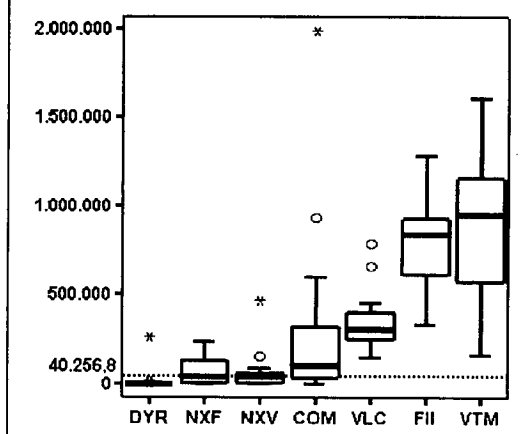
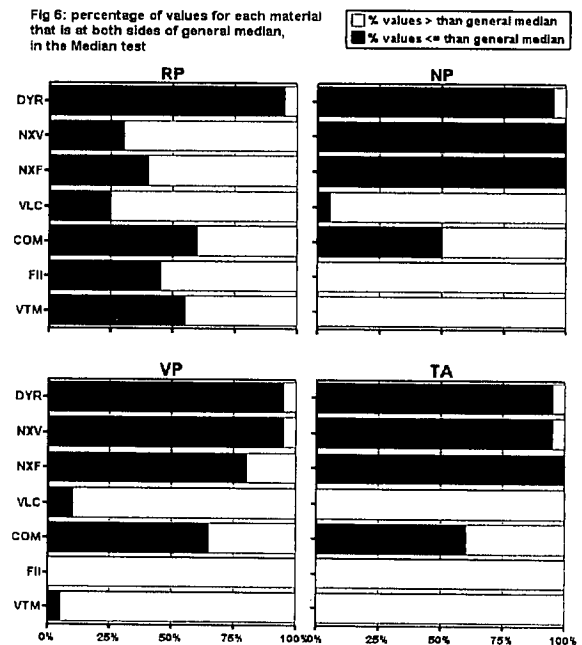


Fig 6: percentage of values for each material that is at both sides of general median, in the Median test



Kruskal-Wallis nonparametric tests showed that only in FII material there was an statistically significant difference ($p=0.02$) in the parameter studied among fields of the same specimen.

Table 3. Results of Shapiro – Wilk normality test for all parameters. * : differs significantly from normal distribution

Material	RP	NP	TA	VP
	Significance			
COM	,235	,010*	,010*	,010*
DYR	,010*	,010*	,010*	,010*
FII	,251	,017*	,742	,515
NXF	,010*	,124	,020*	,010*
NXV	,010*	,042*	,010*	,010*
VLC	,230	,436	,018*	,010*
VTM	,772	,021*	,675	,737

Comparison between materials

Results of median tests are shown in Table 4. For all parameters, distribution of data of different materials is not simetric both sides of the median. Significance is $p=0.00019$ for RP and $p<0.0000001$ for all other parameters

This tests find if there is a difference in the distribution of data around the median, but don't discriminate which material is different to other(s).

Table 4. Results of median test for all parameters. χ^2 : chi – squared statistic. d.f.: degrees of freedom

	RP (μ)	NP	TA (μ^2/mm^2)	VP (μ^3/mm^2)
median	10.79	24.35	163110.61	40256.76
χ^2	26.4	112.4	90.4	113.2
d.f.	6			
Sig.	1.9E-4	< 1E-7	<1E-7	<1E-7

The only way to locate differences is exploring the percentage of data of each material that is at both sides of the general median. Difference is statistically significant for both extremes of values (i.e.: comparing NXF -100% cases smaller than general median- with VTM -0% cases smaller than general median-, in Fig. 6 graphic corresponding to NP).

When comparing materials with values other than extremes, we can say that difference is likely, specially attending to the small p values found for all parameters.

Number of pores per mm^2 of surface of material (NP)

From the Fig. 6 it is clear that NXV, NXF and DYR have smaller NP than VTM and FII and (likely) than VLC ($p<0.0000001$).

Average radius of pores (RP)

RP is smaller for DYR than for VLC and (likely) than for NXV ($p=0.00019$)

Ratio of total area of pores (μ^2) to area (mm^2) of surface of material (TA)

NXV, NXF and DYR have smaller TA than VTM, FII and VLC ($p<0.0000001$).

Ratio of total volume (μ^3) to area (mm^2) of surface of material (VP)

NXV and DYR have smaller VP than FII and (likely) than VTM and VLC ($p<0.0000001$).

DISCUSSION

Preparation of specimens

Specimen disks were prepared with a constant weight (1Kg), thus obtaining different thicknesses. This is the reason the parameters selected refered to area of surface of specimen, instead of refering it to volume. As we used an optical surface method, only surface bubbles were measured.

Distribution of parameter in different fields of specimens

There was only a material (FII) with a significant difference in distribution of bubbles between the different fields of each specimen. We are not sure of the relevance of this alone finding, but think that pores distribute uniformly on the surface of the materials.

Comparison between materials

Median test is a nonparametric test which power is low. It can only detect if data of each material distribute uniformly (or not) around the general median. Unfortunately, the only way to discriminate what material does differs of others is, as mentioned before, observe the median percentage distribution. From our results we can say that RP is smaller for DYR than for VLC and (likely) than for NXV ($p=0.00019$). DYR has a mean RP of 1.4μ (range 0 to 11.7) and VLC of 12.6 (9.8 to 16.9). This means that both values are not within the visible range but the second will probably have higher detrimental aesthetic behaviour.

NXV, NXF and DYR have smaller NP than VTM and FII and (likely) than VLC ($p<0.0000001$). This will have an effect on TA: NXV, NXF and DYR have smaller TA than VTM, FII and VLC ($p<0.0000001$), and on VP: NXV and DYR have smaller VP than FII and (likely) than VTM and VLC ($p<0.0000001$).

Both these parameters (TA and VP) we think are important in predicting the behaviour of material during polymerization contraction. From this standpoint, NXV, NXF and DYR should have worse stress relieving characteristics than VTM, FII and VLC.

It has to be considered that measures were carried out when the materials had set. This should cause somewhat higher results, because pores must have dilated already, and our measures reflect an internal free surface slightly higher than

the one prior to curing. We believe that differences must be constant between before and after polymerization.

To interpret optically these results, it has to be considered that our data show the area of pores related to the surface area, but considering the whole surface of the spheres. In this way, if a material such as Vitremer (3M) shows a mean rate of $243.4 \times 10^3 \mu^2$ of surface of pores/mm² of cement. This means that a squared mm of material will not show 0,24 mm² occupied by pores, but 0.061 (Fig. 1)

Our results about the internal free area are of a different magnitude than the ones prepared by ALSTER *et al.*¹³, making us think that clinical materials are very different to their, even realizing that our results were probably short if it should be used a higher magnification set, able to detect and measure submicroscopic pores.

We don't know of any study on the most convenient -if any- free internal area of a real material in order to prevent the establishing of curing stress, without detectable secondary effects on mechanical (strength, resistance to wear) or esthetical behaviour. But, as pores seem to be always present, we ask ourselves how could we make them work for us.

REFERENCES

¹ INOKOSHI S, WILLEMS G, VAN MEERBEEK P *et al.* Dual-cure luting composites Part I: filler particle distribution. *J Oral Rehab* 1993; 29:133-146.

² JACOBSEN PH, REES JS. Luting agents for ceramic and polymeric inlays and onlays. *Int Dent J* 1992; 42:145-149.

³ ALBERS HF. Indirect bonded restoration supplement. In: Bonded tooth colored restoratives. Ed. Alto Books-Santa Rosa, 1989.

⁴ LAMBRECHTS P, INOKOSHI S, VAN MEERBEEK P *et al.* Classification and potential of composite luting materials. In: State of the art of the Cerec-method. Abstracts of International Symposium on computer restoration. Ed: Quintessenz. Verlag-GmbH. Berlin-Chicago-Tokio. 1991. Cited by INOKOSHI *et al.* (1993).

⁵ RUEGGEBERG FA, CAUGHMAN WF. The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. *Op Dent* 1993; 18:48-55.

⁶ REES JS, JACOBSEN PH. Stress generated by luting resins during cementation of composite and ceramic inlays. *J Oral Rehab* 1992; 19:115-122.

⁷ DIETSCHI D, MAGNE P, HOLZ J. An in vitro study of parameters related to marginal and internal seal of bonded restorations. *Quint Int* 1987; 24(4):281-291.

⁸ SEGURA A, DONLY KJ, CRÖLL TP. The effect of polymerization shrinkage during veneer placement. *Quint Int* 1992; 23(9):629-632.

⁹ DAVIDSON CL, DE GEE AJ. Relaxation of polymerization contraction stress by flow on dental composites. *J Dent Res* 1984; 63:146-148.

¹⁰ DAVIDSON CL. Resisting the curing contraction with adhesive composites. *J Prosthet Dent* 1986; 55:446-447.

¹¹ FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res* 1987; 66(11):1636-1639.

¹² ZUELLING-SINGER R, KREJCI I, LUTZ F. Effects of cement-curing modes on dentin bonding of inlays. *J Dent Res* 1992; 71(11):1842-1846.

¹³ ALSTER D, FEILZER AJ, DE GEE AJ, MOL A, DAVIDSON CL. The dependence of shrinkage stress reduction on porosity concentration in thin resin layers. *J Dent Res* 1992; 71(9):1619-1622.

¹⁴ IRONSIDE JG, MAKINSON OF. Restauraciones de resina: causas de porosidades. *Quint* (Spanish ed.) 1995; 8(8):501-507.

¹⁵ JÖRGENSEN KD, HISAMITSU H. Porosity in microfill restorative composites cured by visible light. *Scand J Dent Res* 1983; 91:396-405.

¹⁶ REINHARDT JW, DENEHY GE, JORDAN RD, RITTMAN BRJ. Porosity in composite resin restorations. *Op Dent* 1982; 7:82-85.

Porosidad de cementos y materiales de restauración compuestos basados en resina y resina modificada con vidrio ionómero

Objetivo

Estudiar la porosidad presente en cementos de resina y en cementos y materiales restauradores de vidrio ionómero modificados con resina.

Material y método

Preparación de las muestras

Utilizamos un cemento de resina en sus dos viscosidades y cinco materiales (de restauración y de cementado) basados en vidrio ionómero y resina (Tabla 1).

Preparamos cinco muestras de cada material y las colocamos en portas de microscopía óptica. Sobre cada una de ellas situamos un cubre que presionamos con un peso constante de 1Kg, obteniendo de esta manera discos de material de diferentes grosores.

Cuando fue necesario se fotopolimerizó con una lámpara (Translux CL, Kulzer) a una distancia de 0mm (en contacto con el cubre) durante el tiempo especificado por el fabricante. Con un microcopio de luz transmitida (Laborlux D, Leitz, Wetzlar), una cámara Leitz con película Ektachrome 100 ASA, un calibrador histológico (10 μ cada intervalo) (Leitz Wetzlar, Germany) y un filtro azul (Kenco C-12), obtuvimos cuatro microfotografías rectangulares de cada muestra (Fig. 1), tres periféricas y una central. Se proyectaron las diapositivas y se contó y midió el número y diámetro de todos los poros.

Análisis de los resultados

Descripción de los parámetros

Los parámetros estudiados fueron el número de poros por mm² de superficie de material (NP), el radio medio de los poros (μ) (RP), el área total de poros (μ^2) por área (mm²) de superficie de la muestra (TA) y el volumen total (μ^3) por área (mm²) de superficie (VP).

Exploración de los datos

Se aplicaron tests de normalidad (Shapiro-Wilk) y homogeneidad de la varianza (Levene) a todos los parámetros.

Distribución de los poros en los diferentes campos de un mismo material

Para determinar si existen diferente distribución de poros en campos de una misma muestra, se aplicó el test de Kruskal-Wallis en todos los materiales.

Comparación entre materiales

Se utilizó el test de la media con el fin de determinar si existía alguna diferencia estadísticamente significativa en la distribución de los datos alrededor de la media general para todos los cuatro parámetros.

Resultados

Descripción de los parámetros

Los resultados aparecen en la Tabla 2 y en la Fig. 2 (NP), Fig. 3 (RP), Fig. 4 (TA) y Fig. 5 (VP).

Exploración de los datos

El test de Levene para la homogeneidad de la varianza muestra que, en todos los parámetros, la varianza difiere significativamente ($p < 0.0001$) entre los grupos. El test de normalidad de Shapiro-Wilk's indica que existen algunos materiales con datos que no siguen distribuciones normales (Tabla 3).

Distribución de los poros en los diferentes campos de un mismo material

El test no paramétrico de Kruskal-Wallis muestra que solo en el material FII existe una diferencia estadísticamente significativa ($p = 0.02$) en el parámetro estudiado entre los campos del mismo espécimen.

Comparación entre materiales

Los resultados del test de la media se muestran en la Tabla 4. Para todos los parámetros, la distribución de los datos de los diferentes materiales no es simétrica a ambos lados de la media. La significación es de $p = 0.00019$ para RP y de $p < 0.0000001$ para los otros parámetros.

Número de poros por mm^2 de superficie de material (NP)

En la Fig. 6 se observa claramente que NXV, NXF y DYR tienen menor NP que VTM y FII y (probablemente) que VLC ($p < 0.0000001$).

Radio medio de poros (RP)

RP es menor para DYR que para VLC y (probablemente) que para NXV ($p = 0.00019$).

Área total de poros (μ^2) por área (mm^2) de superficie de material (TA)

NXV, NXF y DYR tienen menor TA que VTM, FII y VLC ($p < 0.0000001$).

Volumen total (μ^3) por área (mm^2) de superficie de material (VP)

NXV y DYR poseen menor VP que FII y (probablemente) que VTM y VLC ($p < 0.0000001$).

Conclusiones

Solamente hemos medido los poros superficiales.

Pensamos que los poros se distribuyen uniformemente en la superficie de los materiales.

RP es menor para DYR que para VLC. DYR tiene un RP medio de 1.4μ (rango 0 a 11.7) y VLC de 12.6 (9.8 a 16.9). Esto significa que el segundo probablemente tendrá un comportamiento estético peor.

Los parámetros TA y VP creemos que son importantes en la predicción del comportamiento tensional durante la contracción de polimerización. Desde este punto de vista, NXV, NXF y DYR deben tener unas características para la relajación del estrés peores que VTM, FII y VLC.

Nuestros resultados de la superficie libre interna son diferentes a los de Alster y cols., lo que nos hace pensar que los materiales que se emplean en la clínica son muy diferentes a los suyos, incluso siendo conscientes de que nuestros resultados son probablemente cortos ya que si se utilizase una magnificación mayor se podrían detectar y medir poros submicroscópicos.

Gracias a los dos trabajos anteriores iniciamos una línea de investigación en la que actualmente continuamos investigando.

En el segundo artículo se nos planteó el problema de que aunque éramos capaces de calcular el volumen de material estudiado, no podíamos detectar todos los poros presentes. Esta dificultad la hemos superado al darnos cuenta que lo que teníamos que hacer era fotografiar varias veces cada uno de los campos con el mismo aumento, pero variando progresivamente el enfoque hasta ser capaces de ver todos los poros presentes en el espesor de la muestra. Para hacer el recuento lo que hacemos ahora es dibujar sobre un mismo papel el contorno de los poros que aparecen en las diferentes proyecciones y posteriormente contarlos y medirlos. De esta manera podemos hablar de mm^2 de poro por mm^3 de material de una manera más exacta.

En este trabajo estudiamos dos campos de cada muestra. Los materiales que utilizamos son, en la mayor parte de los casos, los mismos que hemos empleado para el estudio de las tensiones con el fin de poder en un futuro correlacionar los datos de porosidad y comportamiento tensional de estos materiales.

Por último, incluimos un análisis de los poros por rangos de tamaño.

Estudio de la porosidad de los materiales de resina para cementado y restauración (datos sin publicar)

Material y método

Se han utilizado cinco materiales de resina compuesta (tabla 1), cuatro de ellos para restauración y uno de cementado (Nexus) que se presenta en dos consistencias: más viscosa (high viscosity (HV)) y menos viscosa (low viscosity (LV)). Todos son de polimerización activada químicamente.

Material	Casa Comercial	Nº Lote
SILAR	3M Dental Products	19980224
P-10	St. Paul, MN, USA	19970923
CLEARFIL	Kuraray Corporation Osaka, Japan	Base: 0236
		Catalizador: 0135
ISOPAST	Vivadent Schaan, Liechenstein	Base: B13000
		Catalizador: B18040
NEXUS HV	Kerr Romulus, MI, USA	Base: 225TN79
		Catalizador: 237ML111
NEXUS LV		Base: 225TN79
		Catalizador: 237ML11

Tabla 1. Materiales empleados en el estudio.

Con ellos se realizaron un total de 30 muestras, cinco por material, utilizando portas y cubres de microscopía que se han limpiado cuidadosamente y cuyo grosor hemos medido con un calibre micrométrico digital (Mitutoyo Digimatic Caliper CD15B, England) que posee una resolución de 0.01 mm.

La mezcla se efectúa de acuerdo con las normas propuestas por los fabricantes controlando los tiempos con un cronómetro. Tras ello se coloca el material sobre el porta y encima el cubre, un trozo de fieltro para evitar la fractura del porta y/o el cubre y un peso constante (820,4 gramos) con el objeto de que la distribución sea lo más uniforme posible.

Una vez transcurrido el tiempo de polimerización se retira el peso y se vuelve a medir el grosor total del porta, cubre y material polimerizado entre ellos. A este dato se

le restan los grosores del porta y del cubre, medido al principio, y se obtiene el espesor de la muestra.

El rango de grosor de las muestras fue de 0.5 a 0.11 mm y el de las áreas estudiadas, de 0.32 a 1.58 mm².

Cada muestra es identificada mediante un rótulo sobre el porta con su número y el nombre del material correspondiente. También se anota el día, temperatura ambiente y número de lote del producto. Aunque se ha intentado observar y fotografiar las muestras transcurrido un máximo de 24h desde su preparación, si había que almacenarlas se hacía en cámara de humedad al 100% a temperatura ambiente, que oscila entre los 18 y los 27 °C (Tabla 2).

Material	Temp (°C)
SILAR	27
P10	18
CLEARFIL	26.5
ISOPAST	22
NEXUS HV	24
NEXUS LV	24.5

Tabla 2. Temperaturas a las que se realizaron las muestras.

Para la observación de las muestras se ha empleado una lupa de aumento marca "Leica" modelo MZ12, con una magnificación de la imagen proyectada de 160x (1x10x16). La luz utilizada era la transmitida por la lupa mediante una fuente a través de la muestra, al máximo de intensidad y con el diafragma de la lupa abierto totalmente.

En cada muestra se estudian dos campos distintos que se limitan haciendo dos marcas horizontales en el porta centradas a ambos lados del material y una vertical en el centro en la zona superior. Los campos estudiado corresponden a uno periférico (1) y otro central (2) (figura 1).

Estas áreas van a fotografiarse varias veces a los mismos aumentos pero variando progresivamente el enfoque con el fin de visualizar todos los poros presentes en el espesor de la muestra. Las fotografías se han realizado con el sistema de microfotografía "Leica" modelo MPS60 acoplado a la lupa y con película de diapositivas "Kodak" de 100 ASA de sensibilidad. El aumento de la cámara de microfotografía era de 16x, con lo que la magnificación total de las diapositivas fue de 256x.

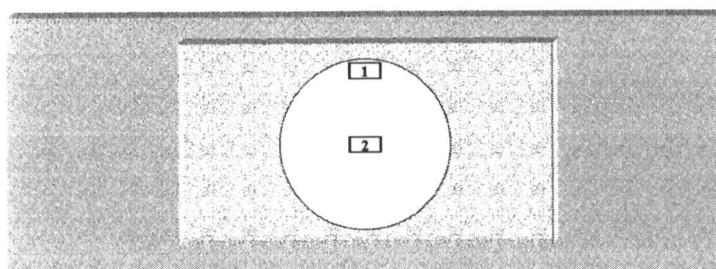


Figura 1. Diagrama representativo de una muestra de material con la localización de los campos estudiados: (1) campo periférico y (2) campo central.

La realización de las diapositivas sigue los siguientes pasos: en primer lugar se fotografía un escala milimetrada que servirá para calcular los valores reales de las mediciones realizadas sobre la pantalla (siempre en milímetros), que obviamente aparecen magnificadas. Esta fotografía se realiza con la misma cámara y a los mismos aumentos con los que se van a fotografiar las muestras. A continuación, de cada muestra se fotografían los dos campos, el central y el periférico, 2 o 3 veces con distintos enfoques, según el grosor de la muestra. Las condiciones de las fotos han sido siempre las mismas: la luz era la máxima permitida por la lupa y el resto de los parámetros relacionados con las fotografías (sensibilidad de la película, factor de exposición, campo claro/oscuro, fluorescencia...) eran memorizados en la base del sistema para que fuesen constantes en todas las instantáneas.

Una vez obtenidas las diapositivas se proyectan sobre pantallas de papel, primero la diapositiva con la escala milimetrada, que nos va dar la relación entre las medidas reales y las que vamos a poder medir en la pantalla, y tras cambiar el papel de la pantalla se proyectan las diapositivas del mismo campo para ir dibujando los límites del área estudiada y todos los poros que aparecen en el grosor de la muestra.

Esto se realiza con todos los campos de todas las muestras y lo que obtenemos en cada caso es un factor de conversión de los milímetros medidos en la pantalla a los milímetros reales y el dibujo del contorno de todos los poros presentes en cada campo. Sobre este dibujo medimos el área de material estudiada y el número y el diámetro de los poros.

De esta manera de cada material, muestra y campo obtenemos: espesor de la muestra en milímetros, área estudiada en mm^2 y número y diámetro de los poros en mm.

Los datos que estudiaremos son, en primer lugar, el número de poros por mm^3 de material, en segundo lugar, el volumen total de poros (mm^3) por mm^3 de material, en tercer lugar, el área de superficie libre interna (mm^2) que representan los poros por mm^3 de material y, por último, los poros serán clasificados según su tamaño y se intentará

vislumbrar las diferencias existentes entre los tamaños de los poros de los materiales estudiados.

Resultados

Número de poros por mm³ de material

En la tabla 3 se muestran el número de muestras realizadas de cada material (N) y la media y la desviación típica del número de poros por mm³ de material estudiado.

Material	N	Media	Desviación típica
CLEARFIL	5	12485.10	2928.13
SILAR	5	2441.10	491.13
P10	5	3508.15	583.56
ISOPAST	5	2551.50	575.33
NEXUS HV	5	418.07	37.96
NEXUS LV	5	570.63	304.93
Total	30	3662.72	4322.21

Tabla 3. Número de poros por mm³ de material estudiado.

Para el análisis estadístico de los datos se realiza la prueba de Shapiro-Wilk que nos indica que la distribución es normal. Esto nos va a permitir aplicar la prueba de Levene de homogeneidad de varianzas (tabla 4)

Estadístico de Levene	g1	g2	Sig.
5.519	5	24	.002

Tabla 4. Prueba de homogeneidad de las varianzas del parámetro número de poros por mm³ de material estudiado.

La prueba nos revela que las varianzas son estadísticamente distintas (p=.002). El test de ANOVA detecta algún grupo heterogéneo (p=5.12E-13), por lo que utilizamos un test "post hoc" como es el test HSD de Tukey, cuyos resultados se representan en la tabla 5.

Material	N	Grupos homogéneos		
		1	2	3
NEXUS HV	5	418.07		
NEXUS LV	5	570.63		
SILAR	5	2441.10	2441.10	
ISOPAST	5	2551.50	2551.45	
P10	5		3508.15	
CLEARFIL	5			12485.10
Sig.		.119	.764	1.000

Tabla 5. Prueba HSD de Tukey para el número de poros por mm^3 de material estudiado, donde se diferencian tres subconjuntos para $\alpha=.01$.

La prueba de Tukey diferencia tres subconjuntos homogéneos, dentro de los que el Silar y el Isopast son comunes en los dos primeros y el Clearfil aparece solo en el tercero.

Volumen total de poros por mm^3 de material

En segundo lugar se calcula el volumen total de poros por mm^3 de material estudiado, siguiendo la misma sistemática que en el caso anterior, es decir, hallando la media y la desviación típica. En la tabla 6 podemos observar los resultados de este parámetro.

Material	N	Media	Desviación típica
CLEARFIL	5	5.506E-02	3.860E-02
SILAR	5	4.440E-02	2.499E-02
P10	5	1.982E-02	1.013E-02
ISOPAST	5	1.938E-02	2.923E-02
NEXUS HV	5	1.821E-02	2.279E-02
NEXUS LV	5	1.741E-02	2.018E-02
Total	30	2.905E-02	2.581E-02

Tabla 6. Volumen total de los poros por mm^3 de material estudiado.

La distribución también es normal, pero en este caso, la prueba de la homogeneidad de varianzas (tabla 7) nos revela que las varianzas de los datos no son estadísticamente distintas ($p=.088$).

Estadístico de Levene	gl1	gl2	Sig.
2.194	5	24	.088

Tabla 7. Prueba de homogeneidad de las varianzas del parámetro volumen total de poros por mm^3 de material estudiado.

El test de ANOVA da un resultado de 0.05435, lo que está dentro del margen en el que se podría considerar que puede existir algún elemento heterogéneo del resto. Se aplica el tests de Duncan como prueba "post hoc" que muestra las medias de los grupos en los subconjuntos homogéneos (tabla 8).

Material	N	1	2
NEXUS LV	5	1.741E-02	
NEXUS HV	5	1.821E-02	
ISOPAST	5	1.938E-02	
P10	5	1.982E-02	
SILAR	5	4.440E-02	4.440E-02
CLEARFIL	5		5.506E-02
Sig.		.107	.469

Tabla 8. Prueba de Duncan para el volumen total de poros por mm^3 de material estudiado, donde se diferencian dos subconjuntos para $\alpha=.05$.

En este caso existen dos subconjuntos, donde el Silar es común a ambos y el Clearfil aparece de nuevo diferente al resto salvo al Silar.

Área libre que representan los poros (mm^2) por mm^3 de material

Resulta interesante conocer el área libre que representan los poros en la masa de material, ya que tiene importantes repercusiones en la contracción durante el proceso de polimerización. Esta área ha sido estudiada en mm^2 de poro por mm^3 de material, calculando la media y la desviación típica en cada caso (tabla 9).

	Clearfil	Silar	P10	Isopast	Nexus HV	Nexus LV
Media	5.63	2.69	2.26	1.96	.98	1.16
Desviación típica	1.77	.95	.89	.40	1.06	.96

Tabla 9. Valores descriptivos del área libre de poro (en mm^2) por mm^3 de material.

Como hemos realizado antes para comprobar la normalidad de la distribución de los datos se aplica la prueba de Shapiro-Wilk (tabla 10).

MATERIAL	Estadístico	gl	Sig.
CLEARFIL	.901	10	.287
SILAR	.905	10	.308
P10	.906	10	.316
ISOPAST	.876	10	.140
NEXUS HV	.654	10	.010*
NEXUS LV	.830	10	.040*

Tabla 10. Prueba de normalidad de Shapiro-Wilk para el área libre de poro (en mm²) por mm³ de material.

En ella se observa que la distribución de los resultados del Nexus en sus dos variantes no es normal. Esto significa que, para comparar los datos obtenidos de los distintos materiales, no está permitido aplicar ANOVA, por lo que empleamos el test no paramétrico de la mediana (tabla 11).

	Área libre (mm²)
N	60
Mediana	1.965
χ^2	26.400
g.l.	5
Sig.	7.46E-5

Tabla 11. Prueba de la mediana.

Los datos obtenidos con la prueba de la mediana aparecen en la figura 2.

El área libre correspondiente a los poros en el caso del Clearfil está en todos los casos por encima de la mediana, el Silar tiene su mayoría también por encima, tanto el P10 como el Isopoast poseen la mitad de los casos por encima y la otra mitad por debajo y en las dos variantes de Nexus la mayor parte está por debajo de la mediana.

Aunque esta prueba no paramétrica no identifica qué materiales son distintos de qué otros, es razonable suponer que al haber una diferencia estadísticamente significativa entre las distribuciones de los materiales, ésta debería (al menos) afectar a los de los extremos: Clearfil y Nexus HV y LV.

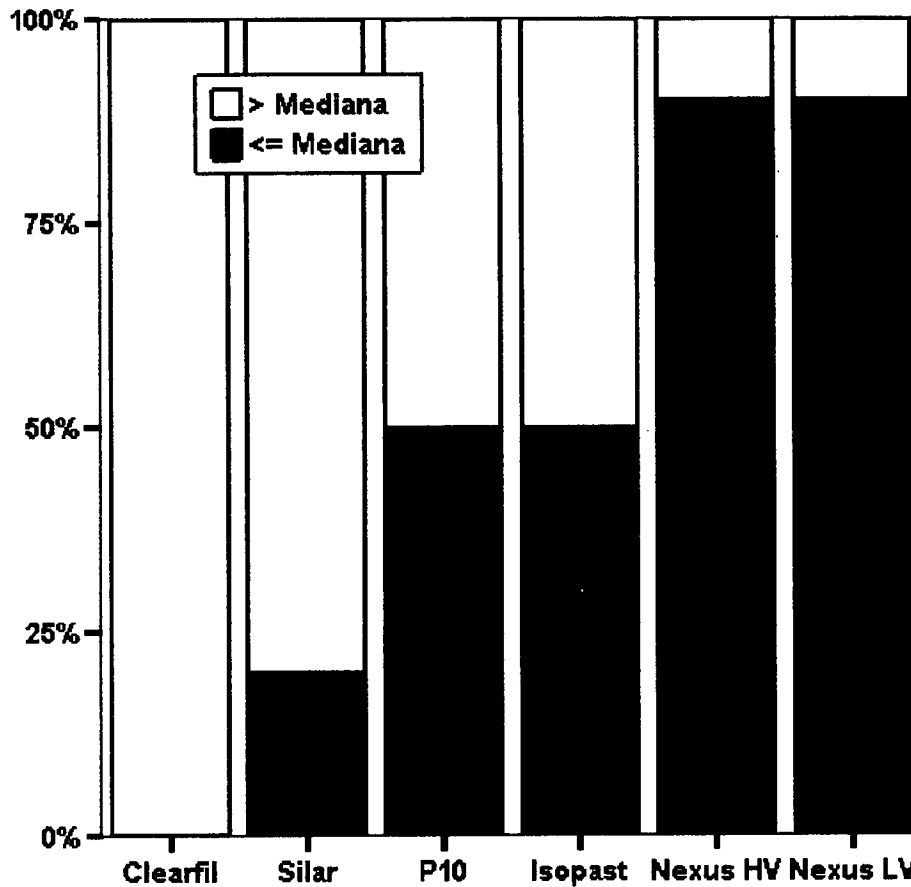


Figura 2. Gráfico de rangos, por materiales, del estudio del área que representan los poros (mm^2) por mm^3 de material, aplicados en la prueba de la mediana.

Diámetro de los poros

Como último objetivo, se estudiarán los diámetros de los poros clasificados en cinco grupos. Los rangos de diámetros elegidos son hasta $10\ \mu m$, de 10 a 20, de 20 a 60, de 60 a 100 y mayores de $100\ \mu m$. Las cotas han sido escogidas teniendo en cuenta que comúnmente se considera que un ojo humano debidamente entrenado y en las mejores condiciones de visión tiene una capacidad de discriminación de entre 60 y $100\ \mu m$. Según esto, los primeros grupos corresponderían a poros lo suficientemente pequeños como para ser visibles sólo al microscopio. La mayor parte de los poros pertenecen a este grupo, por lo que es lógico que sean más discriminados que el resto. El grupo intermedio estaría en el límite descrito y los dos últimos corresponden a los poros mayores, que son visibles a simple vista.

La tabla 12 resume los datos de la distribución de los poros encontrados en cada material, divididos en cinco rangos según los diámetros anteriormente descritos.

Material	<10 μ m	10-20 μ m	20-60 μ m	60-100 μ m	>100 μ m	Total
CLEARFIL	1085	1658	435	6	2	3186
SILAR	80	154	131	7	3	375
P10	155	426	226	2		809
ISOPAST	146	453	278	6		883
NEXUS HV	4	13	35	1	1	54
NEXUS LV	3	8	28	1		40
Total	1473	2712	1133	23	6	5347

Tabla 12. Número de poros existentes en cada uno de los rangos de diámetro estudiados.

Esta tabla es meramente descriptiva, ya que las cantidades de material estudiado, al ser sus grosores variables, son diferentes. Por ello el dato que estudiamos es el número de poros de cada rango por mm³ de material estudiado (tabla 13).

Rangos de diámetros		Clearfil	Silar	P10	Isopast	Nexus HV	Nexus LV
< 10 μ m	Media	344.86	125.89	124.92	103.49	2.90	2.16
	Desv. Típ.	174.52	38.02	68.12	26.80	3.97	4.83
10-20 μ m	Media	526.79	243.63	332.43	320.96	9.36	5.77
	Desv. Típ.	162.72	36.45	76.47	84.07	9.39	4.12
20-60 μ m	Media	138.14	206.91	171.82	204.94	25.30	20.17
	Desv. Típ.	42.63	33.13	78.36	24.74	9.32	10.69
60-100 μ m	Media	1.90	11.19	2.20	4.26	.72	.72
	Desv. Típ.	.70	16.90	3.28	3.91	1.61	1.62
> 100 μ m	Media	.63	4.97			.72	
	Desv. Típ.	1.41	7.57			1.61	

Tabla 13. Media y desviación típica del dato número de poros según rango de diámetro por mm³ de material estudiado.

Ahora que ya se pueden comparar los datos, encontramos que la mayoría de los poros están entre los 10 y 20 μ m de diámetro excepto en las dos variantes de Nexus, donde la mayoría están entre 20 y 60 μ m. Los poros de mayor tamaño son los menos frecuentes, hasta el punto de que en el P10, en el Isopast y en la versión fluida del Nexus no aparecen poros mayores de 100 μ m.

Aplicando una prueba de normalidad encontramos que para algunos rangos los datos son diferentes y para otros no. En estos casos se aconseja aplicar una prueba no paramétrica a todos por igual. Utilizamos, tal como se observa en la tabla 14, la prueba de la mediana .

	<10µm	10-20µm	20-60µm	60-100µm	>100µm
N	30	30	30	30	30
Mediana	96.9082	243.1025	144.8741	1.5818	.0000
χ^2	17.200	18.800	20.400	5.566	5.769
G1	5	5	5	5	5
Sig	.004	.002	.001	.351	.329

Tabla 14. Estadísticos de contraste de los diámetro de los poros clasificados en cinco rangos.

La distribución que estudia esta prueba viene representada en la figura 3.

Cada gráfico dentro de esta figura compara los poros de todos los materiales que estén dentro de un rango determinado. Así, podemos observar que en el rango de poros de diámetro menor de 10 µm, el Clearfil y los dos tipos de Nexus presentan diferencias significativas. Con esta prueba no es posible determinar la existencia real de diferencias entre el resto de los materiales. Los mismos resultados se obtienen en el rango de diámetros entre 10 y 20 µm. Entre 20 y 60 µm, las diferencias se encuentran entre el Silar e Isopast por un lado y los dos tipos de Nexus por otro. En los dos rangos restantes (entre 60 y 100 y los mayores de 100 µm) no se han encontrado diferencias significativas entre ninguno de los materiales estudiados.

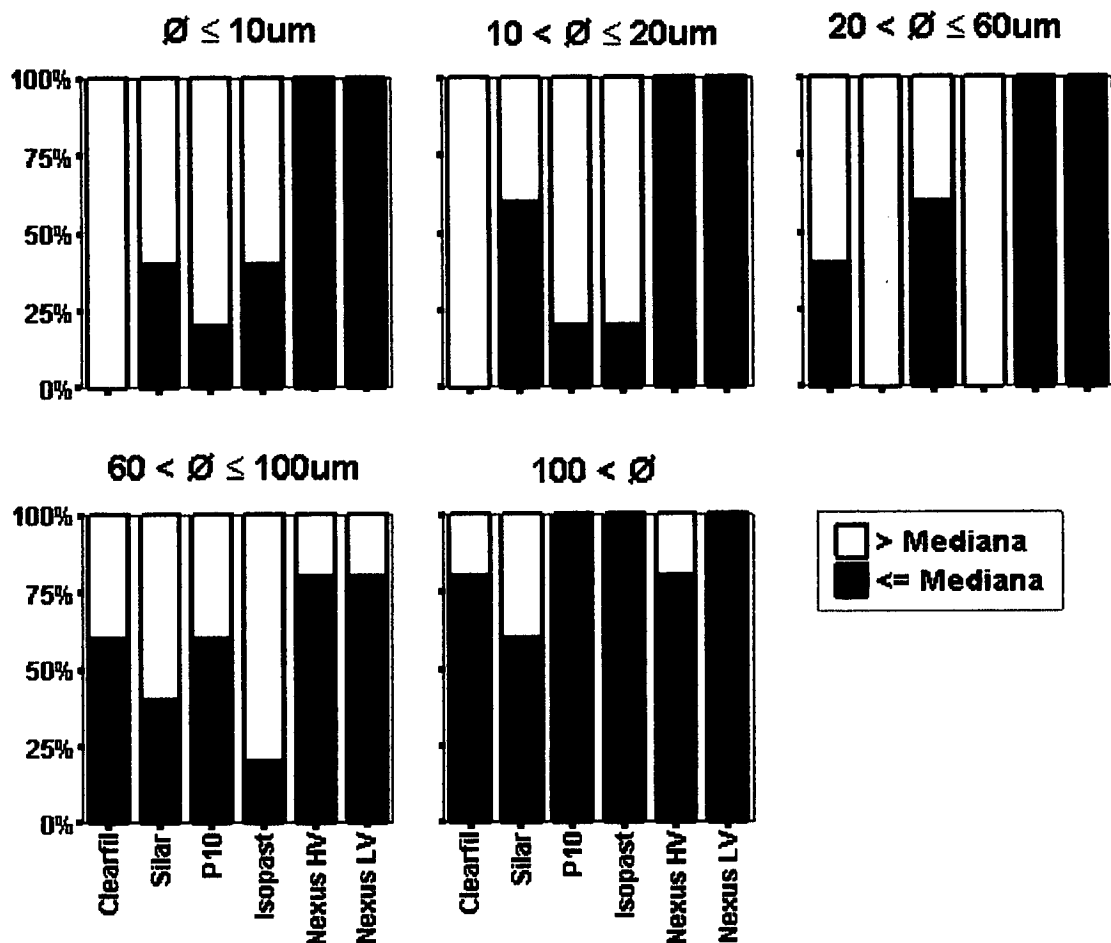


Figura 3. Gráfica de rangos, por materiales, del estudio del diámetro de los poros en cinco grupos, aplicados en la prueba de la mediana.

Discusión

Los materiales utilizados en este estudio corresponden al grupo de las resinas compuestas, siendo todos sistemas de dos pastas autopolimerizables de mezcla y aplicación manual. De esta manera se reducen las variables y es posible una comparación entre los materiales en igualdad de condiciones. En contra, no cabe la posibilidad de comparar la presencia de porosidad según su forma de activación o de aplicación.

La preparación y análisis de las muestras

Las muestras se preparan a modo de discos sobre portas de vidrio para microscopio con su cubre correspondiente, puesto que esta es la forma más sencilla para su posterior observación a través de la lupa de aumento.

En todos los casos se ha colocado el material sobre el porta de vidrio inmediatamente después de su mezcla. Esto es porque el estudio de Fischel y cols.¹ apoya la teoría de que el tiempo que transcurre entre la mezcla del material y su colocación es determinante, ya que alargar este tiempo tiene influencias negativas en el tiempo de trabajo, así como en el aumento de la porosidad, sobre todo en los especímenes en los que hubo un retraso de más de 30 segundos.

La temperatura a la que se han realizado las muestras ha sido en todos los casos la temperatura ambiente, que ha oscilado entre los 18 y 27° C. En su estudio, Fischel y cols.¹ también valoraron la influencia de la temperatura del material en la presencia de porosidad. Así, demostraron que existe una relación inversamente proporcional entre la porosidad y la temperatura del material al comenzar su mezcla. Por tanto, una disminución de la temperatura conduce a un aumento tanto en el tiempo de trabajo como de colocación del material, así como un incremento en la porosidad. Como conclusión de este trabajo, se recomienda que un material con una temperatura baja no debe ser utilizado. Hansen² en su estudio realiza también todas las muestras a temperatura ambiente, e incluso saca los materiales que se conservan en frigorífico un día antes de realizar las muestras.

Coincidiendo con Reinhardt y cols.³ y Gjerdet y Hegdahl⁴, colocamos un peso constante sobre la muestra durante el tiempo de polimerización, ya que de esta manera el material adquiere una distribución uniforme. Así, se obtienen discos de material de distintos grosores, dependiendo de su consistencia.

La forma descrita de preparación de discos en el presente estudio se considera la más sencilla y reproducible, ya que otras formas más complejas como la sección horizontal de las muestras como hacen otros autores^{3,5,6,7,8}, puede inducir a graves diferencias dependiendo de la sección elegida para su estudio. Además, el método que proponemos de fotografía de un mismo campo con pequeñas variaciones de enfoque permite detectar todos los poros que hay en el espesor de cada muestra.

Las muestras han sido observadas transcurrido el mínimo tiempo posible desde su elaboración, al contrario de autores como Hansen², Reinhardt y cols.³ y Lekka y cols.⁹ que sistemáticamente las almacenan al 100% de humedad relativa a 37° C durante una semana antes de medir la porosidad. De esta manera intentan permitir la expansión higroscópica del material para reproducir de una manera más exacta la

situación en boca. Como nuestro objetivo es cuantificar la porosidad presente en los materiales que puede influir en la liberación de estrés inmediato no creemos necesario este tipo de almacenamiento.

La observación de las muestras ha sido a través de una lupa de aumento similar a la que autores como Reinhardt y cols.³ y Mitchell y Douglas¹⁰ utilizan en su estudio. La magnificación conseguida con este tipo de lupas se considera suficiente para observar los poros de mayor tamaño, puesto que son los más interesantes de analizar al considerarlos responsables del empeoramiento de las propiedades de los materiales. Los poros submicroscópicos se consideran inherentes a este tipo de materiales, pero no tan influyentes en sus características físicas. Con todo y con eso, significan una limitación del presente método, incapaz de detectarlos. Existen otros sistemas más discriminatorios como el que utiliza Lekka y cols.⁹, basado en un porosímetro de mercurio controlado por ordenador.

A la hora de analizar las imágenes microscópicas nuestro método es más rudimentario, ya mientras que nosotros nos basamos en la proyección de las imágenes y su medición manual en pantallas de papel, otros investigadores (Opdam y cols.⁵, Lekka y cols.⁹, Mitchell y Douglas¹⁰, Alster y cols.¹¹) utilizan analizadores de imágenes automáticos lo que permite invertir menos tiempo y esfuerzo en contar y medir los poros de cada muestra. Como ventaja, el presente es un método perfectamente reproducible en cualquier circunstancia, de una forma asequible, eficaz y cómoda.

En cada muestra se han estudiado dos campos distintos, uno periférico y uno central. En un principio nos pareció lógico pensar que debían existir diferencias en la porosidad de las zonas central y periférica, ya que el aire atrapado tiende a escapar hacia la periferia al colocar un peso encima, en nuestro trabajo anterior ya estudiamos este parámetro y no detectamos diferencias entre los campos periféricos y los centrales.

Número de poros por mm³ de material

En cuanto al número de poros por mm³ de material estudiado, el Clearfil aparece en un grupo heterogéneo con un número de poros significativamente mayor al resto. Además, en nuestro estudio el Isopast y el Silar aparecen en un grupo homogéneo con un número similar de poros, resultado que no coincide con el de Medlock y cols.⁶ para los que el Isopast presenta más del doble de número de poros que el Silar.

Los resultados de nuestro estudio difieren discretamente con respecto a la opinión de Opdam y cols.⁵ acerca de que la porosidad es mayor en los materiales de mayor consistencia. Comparando las dos versiones del Nexus, el viscoso presenta

menos poros que el fluido, y aunque esta diferencia no es estadísticamente significativa, cabría esperar que fuera al revés.

Volumen de poros por mm³ de material

Referente al volumen total de poros por mm³ de material estudiado, el Clearfil vuelve a aparecer distinto del resto pero no del Silar. Esto significa que de los materiales estudiados es el que más volumen de "oquedad" creada por poros posee. Esta característica es posible que tenga influencia en sus propiedades mecánicas y de absorción acuosa.

Superficie de poro por mm³ de material

En el estudio del área libre (mm²) de cada mm³ de material originada por los poros, es el Nexus en sus dos variantes el que difiere del resto, en el sentido de poseer la menor superficie interna creada por los poros. Este material es un cemento, por lo que se trata de un material al que no se le piden grandes prestaciones mecánicas. El hecho de que sus poros le doten de la menor superficie libre interna del estudio no es muy favorable, ya que disminuye su capacidad para deformarse y liberar así las tensiones originadas por la contracción de polimerización.

Diámetro de los poros

Los diámetros de los poros han sido clasificados en cinco grupos para su análisis estadístico. Los poros más pequeños son los más numerosos en todos los materiales, por lo que es lógico discriminarlos más y hacer más grupos de los de menor diámetro (hasta 10µm, de 10 a 20 y de 20 a 60) y otros dos donde se incluyan los poros más grandes (de 60 a 100µm y mayores de 100), aquellos que por su tamaño podrían ser visibles a simple vista, siempre y cuando se acepte que lo mínimo que el ojo humano es capaz de discriminar es un rango entre 60 y 100µm.

Estos límites no están definidos de manera unánime, sino que cada autor en su estudio los determina arbitrariamente. Así, Reinhardt y cols.³ estudian los poros iguales o mayores de 50µm porque consideran que son los que afectan a las propiedades físico-químicas del material. Lekka y cols.⁹ utilizan otras cotas y distingue entre microporos (diámetro menor de 200nm), macroporos (entre 200 y 7500nm) y megaporos (mayor de 7500nm). Fischel y cols.¹ por su parte los diferencian en 8

grupos: 2-10, 10-25, 25-40, 40-55, 55-70, 70-85, 85-100 y >100 μm y Medlock y cols.⁶ distinguen entre pequeños (< 50 μm), medianos (entre 50 y 150 μm) y grandes (>150 μm).

Las diferencias entre los métodos empleados, los materiales que emplean en estos estudios, que no son los mismos que empleamos nosotros, y los límites que se ponen en los tamaños de poros, no nos permiten comparar nuestros resultados con otros.

Además, el desconocimiento sobre qué cantidad y que tamaño deben tener los poros para, en cada tipo de material, liberar las tensiones que genera la contracción de polimerización sin que se afecten de manera significativa las propiedades estéticas y mecánicas de los materiales, nos impide afirmar si la porosidad que hemos detectado es beneficiosa o perjudicial en términos generales.

Bibliografía

¹ Fischel HF, Cruickshanks-Boyd DW, Davies EH. Setting characteristics and porosity of a composite resin. *Quint Int.* 12:1345-1351. 1982.

² Hansen EK. Marginal porosity in light activated composites in relation to use of intermediate low-viscous resins. *Scand J Dent Res.* 92:148-155. 1984.

³ Reinhardt JW, Denehy GE, Jordan RD, Rittman BR. Porosity in composite resin restorations. *Op Dent.* 7:82-85. 1982.

⁴ Gjerdet NR, Hegdahl T. Porosity of resin filling materials. *Acta Odont Scand.* 36:303-307. 1978.

⁵ Opdam NJM, Roeters JJN, Peters TCRB, Burgersdijk RCW, Teunis M. Cavity wall adaptation and voids in adhesive class I resin composite restorations. *Dent Mater.* 12:230-235. 1996.

⁶ Medlock JW, Zinck JH, Norling BK, Sisca RF. Composite resin porosity with hand and syringe insertion. *J Pros Dent.* 54(1):47-51. 1985.

⁷ Mc Cabe JF, Ogden AR. The relationship between porosity, compressive fatigue limit and wear in composite resin restorations materials. *Dent Mater.* 3:9-12. 1987.

⁸ Gotfredsen P, Hörsted P, Kragstrup J. Porosity of Restorative resins. *Scand J Dent Res.* 91:312-315. 1983.

⁹ Lekka M, Papagiannoulis L, Eliades G. Porosity of pit and fissure sealants. *J Oral Rehab.* 18:213-220. 1991.

¹⁰ Mitchell CA, Douglas WH. Comparison of the porosity of hand-mixed and capsulated glass-ionomer luting cements. *Biomaterials.* 18:1127-1131. 1997.

¹¹ Alster D, Feilzer AJ, de Gee AJ, Mol A, Davidson CL. The dependence of shrinkage stress reduction on porosity concentration in thin resin layers. *J Dent Res.* 17(9):1619-1622. 1992.

ESTUDIO DE LAS TENSIONES QUE SE GENERAN DURANTE LA POLIMERIZACIÓN DE LOS MATERIALES DE RESINA COMPUESTA

El segundo apartado de esta tesis doctoral lo constituyen los trabajos que hemos realizado en el estudio de las tensiones que se generan durante la polimerización de los materiales de resina compuesta.

Nos empezamos a interesar por esta línea de investigación a partir de los trabajos del grupo de ACTA, pionero en el estudio de las tensiones originadas por la contracción de polimerización. Este grupo de investigación ya publicó dos trabajos en 1984^{30,76} y uno en 1986²⁰ en los que destacaban la importancia del *flow* y de la forma de la cavidad en la conservación de la unión dentina-resina compuesta.

Pero su trabajo más importante, del que ya hemos hablado en la introducción, lo publicaron en 1987⁵⁴. En él A.J. Feilzer, A.J. De Gee y C.L. Davidson estudiaban el comportamiento tensional durante la polimerización de dos resinas compuestas autopolimerizables (Silar y P10 (3M Co., St. Paul, MN)) colocadas entre dos discos metálicos de tres diámetros diferentes (5, 10 y 15 mm.) conectados a una máquina de presión-tracción. Durante los 30 minutos que duraba cada ensayo, con el fin de que la distancia entre los discos no variase se utilizaba un sistema que detectaba si se producía algún cambio en aquella ($\pm 0.2 \mu\text{m}$) y si era así forzaba a recuperar la distancia perdida.

De esta manera, estudiaron las tensiones que se generaban en cavidades cilíndricas con diferentes configuraciones y con igual configuración creada con diferentes volúmenes de material. Definieron la configuración de las cavidades con el factor de configuración (C) que es el cociente entre la superficie adherida y la superficie libre o no adherida de la restauración:

$$C = \text{Superficie adherida} / \text{Superficie libre}$$

Además realizaron unas aproximaciones ideales sobre que valores de C correspondían a las diferentes situaciones clínicas. Así, de situación más favorable a menos favorable, a una capa de resina compuesta colocada sobre una superficie lisa le atribuyeron

un C de 0.2, a una clase IV 0.5, a una clase III 1.2, a una clase II 1.6, a una clase V 3.1 y a una clase I 4.5.

Concluían que la forma de la cavidad determinaba el comportamiento tensional del material adhesivo colocado en ella. En aquellas cavidades en las que el C fuese menor o igual a 1, la superficie libre permitiría la relajación de la mayor parte del estrés mediante el flujo de material y serían por tanto cavidades favorables desde el punto de vista clínico. Las de configuraciones situadas entre 1 y 2 tendrían un comportamiento dudoso y en las de C mayor de 2 lo que podemos esperar en la clínica es el fallo de la interfase diente-resina compuesta. En las situaciones de cementado ($C > 25$), según un trabajo anterior⁷⁷, el comportamiento parece ser diferente.

Por último afirman que el volumen no influye en la magnitud del estrés de contracción, por lo que no debe incluirse como variable en la descripción de las cavidades ni de las tensiones que generan los materiales al polimerizar.

Nuestra primera aproximación a esta área de investigación consistió en un trabajo presentado como comunicación en el V Congreso de la Sociedad Española de Odontología Conservadora (Sevilla 1996)⁷⁸. En él estudiábamos una resina compuesta autopolimerizable para restauración (Clearfil F2, Kuraray, Osaka, Japan) colocada entre por-

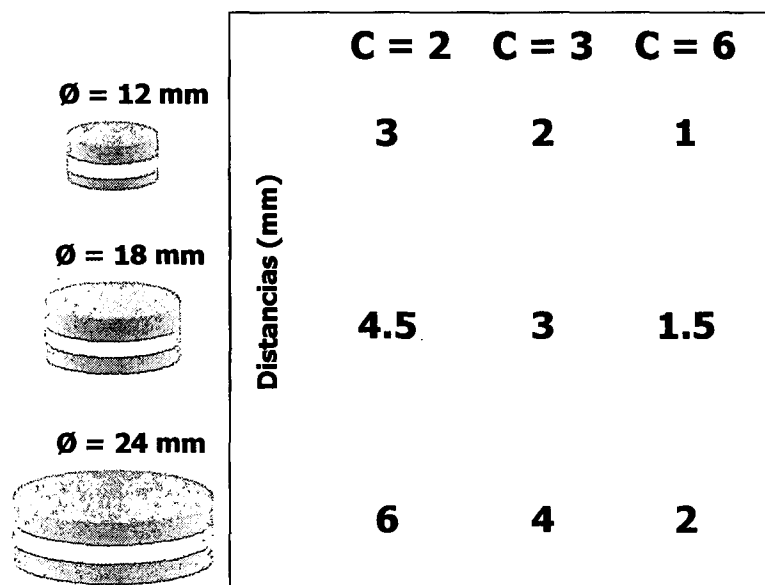


Fig. 1: diámetros de los portamuestras y distancias empleadas para las distintas configuraciones

tamuestras cilíndricos realizados con resina de poliéster de tres diámetros diferentes (12, 18 y 24 mm) enfrentados a la distancia necesaria para conseguir con cada uno de ellos los mismos factores de configuración (Fig. 1).

Realizamos muestras en cada una de estas situaciones cavitarias registrando las tensiones que generaba el material al polimerizar en una máquina de presión-tracción. Encontramos que cuando utilizábamos portamuestras del mismo diámetro aproximándolos a diferentes distancias, es decir empleando un C diferente y una cantidad de material diferente, las tensiones registradas eran estadísticamente iguales, mientras que situaciones con el mismo factor de configuración originaban tensiones estadísticamente diferentes.

El hallazgo de que el comportamiento tensional de un material alojado en cavidades con diferente factor de configuración puede ser idéntico y que en cavidades con igual factor de configuración el comportamiento tensional puede ser muy diverso nos hizo cuestionar el valor de dicho factor como predictor eficaz del comportamiento tensional de los materiales colocados en cavidades adhesivas.

Nos propusimos encontrar una fórmula capaz de predecir las tensiones que tuviese en cuenta factores que, en nuestra opinión, debían intervenir además de la superficie libre y la adherida de la restauración, como son las propiedades y el volumen del material y la deformación del entorno. La manera de realizar este trabajo y sus resultados aparecen en el artículo "A predictive formula of the contraction stress in restorative and luting materials attending to free and adhered surfaces, volume and deformation" cuya publicación está prevista en la revista Dental Materials para Abril de 2001 (Dent Mater. 2001.17(3):241-246).



ELSEVIER

DENTAL228

Dental Materials 00 (2000) 000–000

dental
materials

www.elsevier.com/locate/dental

A predictive formula of the contraction stress in restorative and luting materials attending to free and adhered surfaces, volume and deformation

A. Miguel, J.C. de la Macorra*

Complutense University, Madrid, Spain

Received 9 November 1999; revised 12 April 2000; accepted 20 July 2000

Abstract

Objectives: To find a predictive formula of stress, considering the surfaces (free, adhered) involved, the volume and characteristics of material and the deformation of the measuring system.

Materials and methods: 231 samples of five chemically cured restoratives (Silar (SIL, 23), Clearfil F2 (CLE, 39), P10 (P10, 33), Concise (CON, 30), Isopast (ISO, 28)) and four luting (3M Experimental 241 (EXM, 20), Variolink II (VAR, 13), Vitremer LC (VTM, 20) and Dyract Cem (DYR, 25)) materials were allowed to polymerize until they reached a maximum tension (T_{\max} , 25 min) between six pairs (\varnothing 5.81, 8.5, 11.26, 12.42, 17.02, 23.14 mm) of polished metallic discs (range of distances: 0.02–5.9 mm) mounted in a tensioning machine. The deformation of the measuring system was measured for the recorded forces.

Results: A descriptive non-linear formula $T_{\max} = K \text{Vol}^{-3.267} \text{FS}^{3.283} \text{AS}^{0.642} \text{Def}^{0.561}$ was found that individualizes the material's characteristics (K) that considers volume (Vol), free (FS) and adhered (AS) surfaces and deformation (Def) of the system for each force. This formula renders good correlation (material K (r^2 coefficient)): SIL 0.9998 (0.995), CLE 1.0062 (0.989), P10 1.0224 (0.990), CON 0.9908 (0.992), ISO 0.9648 (0.974), EXM 1.0083 (0.991), VAR 0.9777 (0.996), VTM 0.9925 (0.993), DYR 0.9971 (0.997) between actual T_{\max} and calculated Tension. There are statistically significant differences ($p = 0.002$) between K values of both (restorative and luting) groups.

Significance: Predictive parameters have influence in a different way to what is actually considered, if the system is allowed to have deformation, as occurs naturally and volume and material's characteristics are considered. © 2000 Academy of Dental Materials. Published by Elsevier Science Ltd. All rights reserved.

Keywords: Polymerization; Stress; Configuration

1. Introduction

Composite resin materials are widely used in Odontology not only for filling cavities, but also for reconstructing dental structures, luting restorations and orthodontic appliances. The main problems posed by these materials are marginal failure and recurrent caries, originating in most cases, because of the polymerization contraction, which competes with adhesion to the dental tissues [1,2].

It has been calculated in vitro that these materials have an approximate volumetric loss of 1.35–4.9% due to polymerization contraction [3–5]. This contraction, when the material is in contact with some surface or inside a cavity, is limited by the adhesion to the surrounding walls, generating

stress at the material, the interface and/or the structures at which it is adhered (tooth or cemented restoration) [6–8].

The generation of these tensions varies as polymerization progresses [1]. At the beginning, the resin molecules can slide over each other. Thus, the material mass changes its shape to adapt to the new volumetric situation created by the contraction, without damage to its structure or interfaces. This deformation is known as *flow*. As curing progresses, the rigidity of the material increases, resulting in *flow* decrease and the buildup of stress [1]. This stress, if it reaches a certain level, can result in a defect of the interface with possible consequences: microfiltration of fluids and recurrent caries, the impairment of the mechanical properties or cohesive failure in the material, post-operative sensitivity and/or fracture of the tooth or the cemented restoration.

The polymerization contraction behavior and the flow capacity of a material depend on its physical and chemical characteristics [10], environmental conditions (temperature, humidity...) and on the cavity design.

* Corresponding author. Departamento de Odontología Conservadora, Facultad de Odontología, Plaza de Ramón y Cajal s/n. Ciudad Universitaria, 28040 Madrid, Spain. Tel.: +34-913941996; fax: +34-913941999.

E-mail address: macorra@eucmax.sim.ucm.es (J.C. de la Macorra).

Table 1
Materials used

Material	Manufacturer	Type	Batch
CLEARFIL F2	CLE	KURARAY	Composite restorative resins
ISOPAST	ISO	VIVADENT	Composite restorative resins
SILAR	SIL	3M	Composite restorative resins
P10	P10	3M	Composite restorative resins
CONCISE	CON	3M	Composite restorative resins
EXM241	EXM	3M	Luting resin cements
VARIOLINK II	VAR	VIVADENT	Luting resin cements
VITREMER LC	VTM	3M	Luting resin modified glass ionomer
DYRACT CEM	DYR	DeTrey	Luting resin cements

In 1987, Feilzer and colleagues [11] published a study, already a classic, in which they studied in vitro the tensional behavior of adhesive materials in different simulated cavity situations. Their experimental design involved application of the material between two disks attached to a tension-traction machine, recording the tensions generated during polymerization. Throughout the process, and with the aim of creating a rigid system, they established a mechanism that detected the changes in distance between the discs and forced the recovery of initial distance. In this way they studied different cylindrical cavities, which they defined by the configuration factor (C) determined as the ratio of adhered to the free surfaces:

$$C = \text{adhered surface/free surface}$$

They concluded that the configuration factor predicts the tensional behavior of the adhesive materials placed in a cavity so that for the same material with a lower C , increased flow will be allowed and therefore less stress on the material will occur on the interface, the tooth and/or the restoration.

This study has been widely used as a reference since its publication because it meant a crucial advance in the understanding of tensional behavior of materials placed in a cavity. However, in our opinion, it seems to have a series of limitations due to its very conception and the supposedly rigid situation in which the material is placed.

The first limitation is that there is no rigidity in the system, since the discs are continually coming closer because of the tensions produced by the setting material and separating because of the distance recovery system. This constant back and forth movement may induce errors in the readings since we may suppose that the material is partially stressed.

The second limitation is conceptual: no pure rigid system exists in nature and especially not in the sense previously explained. The tooth and the restoration inevitably possess a certain deformation capacity, which allows partial stress relaxation of the polymerization tensions produced.

The third is that it does not consider other important factors, namely the volume of the restoration and the specific material characteristics.

Finally, the configuration factor, as defined, is the trans-

lation of a general concept that does not permit numerical approximation of the problem.

Therefore, the purpose of this paper is to study the tensions, which are generated during the polymerization of different composite resin materials in an environment with known deformation, to determine if there are different tensional behaviors among materials and to try to define the numerical relationship of different factors with tensional behavior, applicable to elastic systems.

2. Materials and methods

We studied nine chemical cured materials, five composite resin restoratives: Silar, P10 and Concise (3M Co, St Paul, MN, USA), Clearfil F2 (Kuraray, Osaka, Japan) and Isopast (Ivoclar/Vivadent, Schaan, Liechtenstein), two composite resin cements: experimental resin EXM 241 (3M), Variolink II (Ivoclar/Vivadent) and two resin modified glass ionomer cements: Vitremer LC (3M) and Dyract Cem (DeTrey/Dentsply GmbH, Konstanz, Germany) (Table 1).

Samples of these materials were placed in a pressure-traction machine (Hounsfield 5000M, England) as follows:

- Each restorative material was mixed and placed between a pair of metallic discs of six different diameters (5.81, 8.5, 11.26, 12.42, 17.02 and 23.14 mm). The surface each disc was polished with a 120-grit paper (Struers, Denmark) and separated by distances ranging between 0.02 and 5.9 mm.
- For luting materials, only 23.14 mm diameter discs were used. Mixed material was placed between the discs and these were approximated until a centered disc of material was obtained. Once the test was completed the sample area was measured with an image analyzer (Leica Q WIN 500).

All samples were allowed to polymerize for 25 min recording the force (maximum speed of readings: 20 readings/s). During this time the lower, movable, arm of the pressure-traction machine was in a stationary position, and the room temperature was registered. Time elapsed

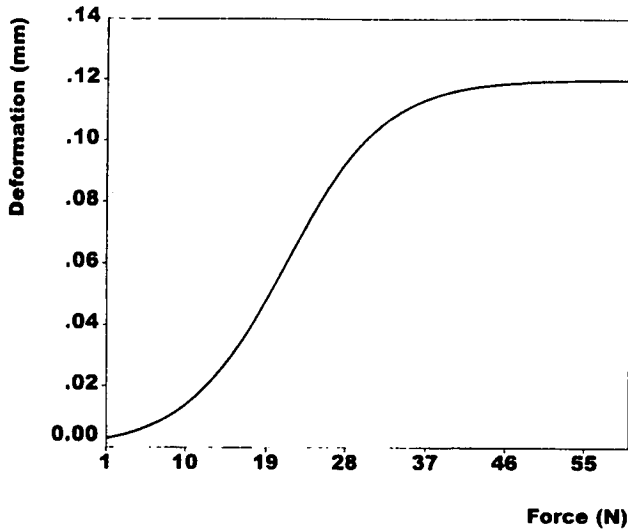


Fig. 1.

between the start of mixing until the beginning of the experiment was also recorded.

Since the system is not rigid, in order to determine the deformation of the pressure-traction machine and the connections mechanisms for each force lecture, we carried out 10 traction tests with the sample holders fixed one to another. Using the force readings and the resulting deformation, we obtained a graphic representation (Fig. 1) of the non-linear equation, which described the deformation as a function of force. In this way, it was possible to determine (calculate) the system deformations in each case according to the recorded force.

The maximum tension produced (T_{\max}) was calculated by dividing the maximum force (F_{\max}) by the surface area upon which the force was exerted (upper disc in the restoratives, and upper material area in the luting materials).

Grouping together all samples, we looked (SPSS ver 9, SPSS INC, Chicago, IL) for the coefficients A , B , C and D that best fit the non-linear formula

$$T_{\max} = \text{Vol}^A \text{FS}^B \text{AS}^C \text{Def}^D$$

where Vol is the volume of the sample (mm^3), FS the free surface (mm^2), AS the total adhered surface (mm^2) and Def the deformation of the system for T_{\max} (mm).

In order to individualize each material, with the coefficients A , B , C and D found, a constant value, K , was calculated for each material with the formula

$$K = T_{\max} / \text{Vol}^A \text{FS}^B \text{AS}^C \text{Def}^D$$

K means were compared for the two (restorative and luting) groups of materials with Kolmogorov–Smirnov non-parametric test because their distributions were far from normal ($K-S$ test for normality significance $p < 0.000029$) and

Table 2

K' constants for each material and predictive power

Material	m^a	n^b	σ^c	r^{2d}
SIL	0.9998	23	0.670	0.995
CLE	1.0062	39	0.105	0.989
P10	1.0224	30 (3)	0.104	0.990
CON	0.9908	30	0.093	0.992
ISO	0.9648	28	0.064	0.974
EXM	1.0083	20	0.056	0.991
VAR	0.9777	13	0.020	0.996
VTM	0.9925	18 (2)	0.037	0.993
DYR	0.9971	25	0.006	0.997

^a m : mean values.

^b n : number of samples (number of detached samples).

^c σ : standard deviation.

^d r^2 : correlation coefficient between actual T_{\max} and predicted tension.

their variance differed significantly (Levene test for homocedasticity significance, $p < 0.009$ for both groups).

To check the behavior of C factor in an elastic system, we plotted C factor versus T_{\max} .

3. Results

The deformation suffered by our system for any recorded force in the range 0–60 N follows the equation:

$$\text{Def} = \frac{0.12}{1 + [45.48 e^{-0.18F}]},$$

where Def is the deformation in mm and F the force in N (Fig. 1).

The general formula with the estimated coefficients, with all the materials grouped, predicting the maximum tension is: $T_{\max} = \text{Vol}^{-3.267} \text{FS}^{3.283} \text{AS}^{0.642} \text{Def}^{0.561}$. This formula has an $r^2 = 99.17\%$.

K constant values obtained per material from the formula $K = T_{\max} / \text{Vol}^{-3.267} \text{FS}^{3.283} \text{AS}^{0.642} \text{Def}^{0.561}$ are listed in Table 2. In total, five samples were discarded because of detaching before total time was elapsed.

$K-S$ non-parametric test comparing K values of both groups (luting and restorative) results were that they vary significantly ($Z = 1.849$, $p = 0.002$).

Correlation was found between actual T_{\max} and predicted tension (by the formula), for each individual material (Table 2). Fig. 2 shows relationship between C factor and T_{\max} .

4. Discussion

Until now, the only way to anticipate the tensional behavior of adhesive materials was by means of the configuration factor [11], defined as

$$C = \text{adhered surface/free surface}$$

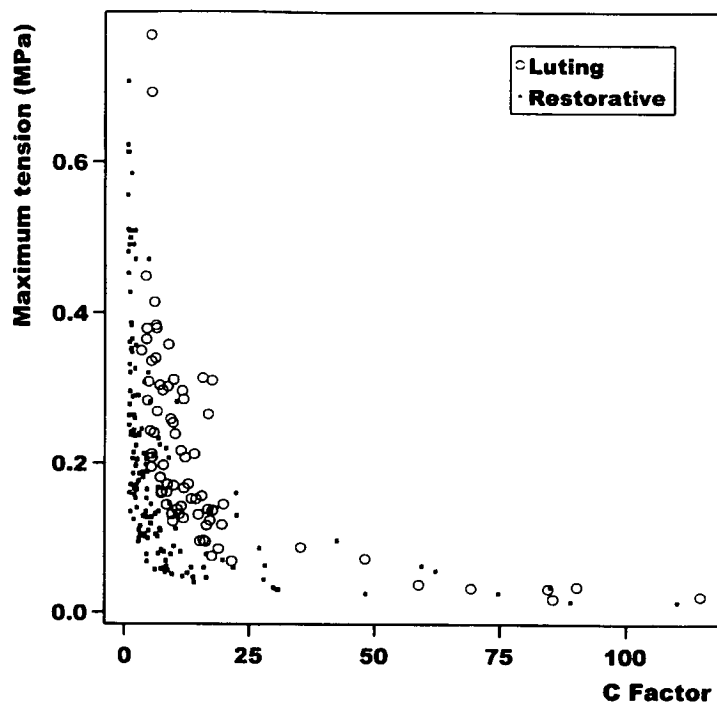


Fig. 2.

In our opinion, although this formulation had a high conceptual value at the time of its publication, it should be revised since it cannot be individualized for each material and does not offer a precise predictive value. Moreover, as shown in Fig. 2, C factor has, in a deformable setup, an unexpected relationship with maximum tension. This relationship is not linear (as suggested by the intrinsic formulation of C factor: higher C , higher tension) and, more importantly, association is inverted: higher C factors produce lower tensions.

We believe that this is due to the fact that although the C factor considers the configuration of the cavity, it ignores important parameters such as the deformation of the adhesive walls or the specific characteristics of each material and the volume of the restorative undergoing polymerization and to the fact that it was formulated in a *rigid* setup. Considering all these, we have been able to define a relationship in the way that maximum tension can be predicted very precisely. This type of statistical approach leads to a predictive formula of tension pertaining to other parameters, with an apparent inconsistency in units, in the same way that a relationship could be found, for instance, between the speed (m/s), weight (kg) and horsepower (CV) of an automobile, and obtain a valuable expression of a mathematical relationship (for instance, $\text{speed} = \text{HP}^A \cdot \text{weight}^B$).

4.1. System compliance

It has always been thought that the studies on contraction stress should be carried out in rigid systems in order to be able to record all the tensions generated during polymeriza-

tion. It was believed that if the system is deformable, its elasticity or compliance would hinder the obtaining of realistic stress data since an unknown part of the tensions generated by the material would relax due to the deformation of the system [2]. Moreover, these assumed errors would not affect all cases in the same way due to the fact that this elasticity is relatively constant. So, smaller samples would permit the relaxation of a larger percentage of the stress (resulting in much lower stress data), while in larger samples the reading would only be slightly less [12].

This view has led to the development of supposedly rigid systems on the one hand, and on the other hand, to the skepticism about the results of works that did not use “rigid” experimental setups.

The problem of designing a rigid environment to study the tensions generated by materials during polymerization is that no purely rigid system exists for carrying out the necessary measurements. All known systems are based on the use of a load cell, which is only able to perceive the forces through its deformation. Moreover, all the systems require connection mechanisms between the cell and the material being studied, which also have a certain degree of elasticity.

As we mentioned before, the most accepted solution that has been proposed is that of Feilzer and colleagues [11]. It proposes a feedback mechanism, which detects changes in the initial distance between the discs and corrects them. This method has two disadvantages that impair its effectiveness. In the first place, since it continues to permit slight deformations, it does not create a truly rigid environment for the material. In the second place the constant back and forth movements of the movable disc is most likely to cause

distortions in the readings since they stress the material by subjecting it to external traction after allowing minimum contraction.

We focus the problem in the following way: we know that our experimental system (the load cell and the connection mechanisms) can be deformed, as is the case for any measuring system. What we really want to know when we study the tensions generated by a material during polymerization contraction is: *what tensions will this material exert on the dental tissue or on the restoration material? And, are these tensions going to endanger the tooth-restoration interface and/or its internal cohesion?*

The tooth-restoration complex and our measuring system can be deformed, albeit not to the same extent. This deformation will always prevent the appearance of part of the tension that would be generated by the material in a hypothetical purely rigid environment. The tensions that are not compensated for by the deformation, which in our experiment would be recorded by the load cell, are those that can reach (and possibly alter) the interface and/or generate stress in the tooth or the restoration, and are consequently of most interest to us. With regard to the study of contraction stress, the main difference between our system and any other non-rigid system with the tooth-restoration complex is that the elasticity is different. If we consider the deformation results, the studies carried out with non-rigid systems are valid. Moreover, they are the only ones that let us come as close as possible to what really occurs during the polymerization tensions of materials.

Compared to other authors [10,11], our records of tension are low. The reason is as we have just explained: the deformation of the system. It is probable that the dentin is even more deformable than the pressure-traction mechanisms of the machine that we use. The dentin is subjected to traction Young's modulus is 13.7 ± 3.4 GPa [13] and studied with indentation between 10.3 and 29.8 GPa [14,15,16]. Stainless steel's module is approximately 200 GPa [17], which suggests that in reality the clinical tension figures may be even smaller.

In our formulation, T_{\max} is directly proportional to Def raised to the power of 0.561. This is apparently in opposition to what we have just said: it suggests that more deformation will cause more tension. We must have in mind that we calculate the deformation, not the modulus. In our experimental setup, higher T_{\max} recording corresponded with higher deformations, as Def was calculated from the maximum force registered, so they must be directly correlated. To apply this formulation to other systems, their deformation/force relation should be first measured in a similar way.

4.2. Cavity configuration

The cavity characteristics have been thoroughly studied by Feilzer and colleagues [11]. They conclude that the geometric distribution of the cavity could be defined by the quotient between the adhered surface (AS) and the

free surface (FS) and that this quotient, called the *configuration factor* or the *C factor*, makes it possible to predict the tension behavior of the adhesive material. The higher the factor, the greater the tensions produced on the adhesive surfaces, in their experimental design. Using Silar and P10, for $C = 1$ values the stress relaxation caused by flow is sufficient to maintain the consistency of the samples and the interface. When $1 < C < 2$, the results are inconsistent and predict that the adhesives at that time currently available would not produce dependable results. For $C > 2$, all the samples broke cohesively.

According to our data, the cavity defined by the adhered surface and the free surface affects the magnitude of the tensions, but it is not the only factor responsible for the tension. Moreover, our results suggest that the influence of the free surface and the adhered surface is not the same; the former has a greater effect than the latter. Also, we have found that the volume of the sample has an important role in the prediction of the final tension.

Volume of "real" cavities can be calculated [18], resulting in mean total volume of restoration for class I cavities of 21.3 mm^3 ($n = 10$, $sd = 8.9$) and for class II cavities of 65.1 mm^3 ($n = 5$, $sd = 12.9$).

Our approach proposes a conceptual change with regard to the prior formulation proposed by Feilzer and colleagues in 1987 [11], since the "classic" configuration factor formula is a conceptual one, and ours is a numerical approach. In this way, it is difficult to evaluate each geometrical factor alone, as they are, of course, mathematically interrelated.

As is to be expected, the stresses that occur during the polymerization of a composite resin are not unidirectional [19]. There must be components of this stress parallel to the adhesive interfaces that cause shearing stresses that are different in degree and direction according to the zone being studied. This is due to the material's need to move into the available space in order to adapt to the new volumetric situation, not just by deforming the free surface. This means that for larger adhesive areas, the movements of the material's mass — and consequently the stresses parallel to the adhered surface(s) — will be greater and the relation FS/AS/Vol will change also.

Another probable consequence of this phenomenon is that the translation of a cylindrical cavity (such as that used by us), with parallel adhesive surfaces situated at the bases of a cylinder, to a real cavity (more complex), is mistaken. In our opinion, the geometry of real cavities, with irregular non-parallel walls, obliges to a much more complex spatial distribution of normal and oblique stresses on the walls than the ones which we are able to currently record.

In our experiment design samples were stuck to the discs just by mechanical interlock-discs were polished before each measurement. This type of adhesion may allow some displacements parallel of the composite resin to the adhesive interface, relaxing some shear stress. This may not probably happen in real cavities

without detrimental consequences to the final sealing of the interface.

4.3. Characteristics of the material

With regard to the characteristics of the material, it can be assumed that since the chemical (such as the type and degree of polymerization) and physical (viscosity or volumetric contraction percentage during polymerization) properties of the materials vary, the tensional behavior will be different even though the cavity and compliance characteristics were the same. In the materials we have studied, we have found statistically significant ($p = 0.002$) differences among K values, between the restorative materials group (SIL, CLE, P10, CON and ISO) and that of luting materials (EXM, VAR, VTM and DYR).

This is an important find, since it has to be remembered that K is forced to convex around the value of 1, because it is obtained by a simple division in a general predictive formula with a high correlation coefficient ($r^2 = 0.9917$).

In this way, the fact that there are statistically significant differences between K values in the two groups of materials means, in our opinion, that material characteristics have to be considered in prediction of the tension such material will yield when polymerizing. Table 2 shows predictive power (r^2) of the formula *per* material, assuming each individual K coefficient.

For us, this differential K factor must contain more information than we are currently able to distinguish about the material (viscoelastic characteristics, static and dynamic modules of elasticity, effectiveness of the reaction, type, amount and properties of filling, porosity, etc.) and the environmental conditions (temperature, humidity, pressure, etc.).

4. Uncited References

[9].

Acknowledgements

This study was performed as partial fulfillment of the PhD degree requirements (Dr Miguel) and was funded, in part, by a predoctoral grant (Dr Miguel) BE350/95-AP95 of the Ministerio de Educación y Ciencia, Spain. Authors want to acknowledge all manufacturers for gently providing the materials studied, Ivoclar/Vivadent representatives in Spain, for aiding in the developing of software applied, and Dr G. Eliades for helping in editing the manuscript.

References

- [1] Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Quantitative determination of stress reduction by flow in composite restorations. *Dent Mater* 1990;6:167–71.
- [2] Bouschlicher MR, Vargas MA, Boyer DB. Effect of composite type, light intensity, configuration factor and laser polymerization on polymerization contraction forces. *Am J Dent* 1997;10:88–96.
- [3] Puckett AD, Smith R. Method to measure the polymerization shrinkage of light-cured composites. *J Prost Dent* 1992;68:56–58.
- [4] Lai JH, Johnson AE. Measuring polymerization shrinkage of photo-activated restorative materials by a water-filled dilatometer. *Dent Mater* 1993;9:139–43.
- [5] Tolidis K, Nobecourt A, Randall RC. Effect of a resin-modified glass ionomer liner on volumetric polymerization shrinkage of various composites. *Dent Mater* 1998;14:417–23.
- [6] Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer AJ. The competition between the composite–dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res* 1984;63(12):1396–9.
- [7] Davidson CL, Van Zeghbroeck L, Feilzer AJ. Destructive stresses in adhesive luting cements. *J Dent Res* 1991;70(5):880–2.
- [8] Meredith N, Setchell DJ. In vitro measurement of cuspal strain and displacement in composite restored teeth. *J Dent* 1997;25:331–7.
- [9] Watts DC, Cash AJ. Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light-cured material: methods development. *Dent Mater* 1991;7:281–7.
- [10] Condon JR, Ferracane JL. Polymerization contraction stress of commercial composites. *IADR* 1998; Abst No. 59.
- [11] Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res* 1987;66:1636–9.
- [12] Davidson CL, Feilzer AJ. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. *J Dent* 1997;25:435–40.
- [13] Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Rusell CH, Pasley DH. Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. *J Dent Res* 1995;74(4):1093–102.
- [14] Xu HHK, Smith DT, Jananmir S, Romberg E, Kelly JR, Thompson VP, Rekow ED. Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. *J Dent Res* 1998;77(3):472–80.
- [15] Kinney JH, Balooch M, Marshall SJ, Marshall JR, Weihs TP. Hardness and Young's modulus of human peritubular and intertubular dentine. *Arch Oral Biol* 1996;41(1):9–13.
- [16] Meredith N, Sherriff M, Setchell DJ, Swanson SAV. Measurement of the microhardness and Young's modulus of human enamel and dentine using an indentation technique. *Arch Oral Biol* 1996;41(6):539–45.
- [17] Alster D. Dental resin joints. Stress and strength. PhD thesis, Amsterdam, 1996.
- [18] Macorra JC, Gomez-Fernandez S. Quantification of configuration factor in Class I and II cavities and simulated cervical erosions. *Eur J Prost Res Dent* 1996;4(1):29–33.
- [19] Kinomoto Y, Torii M. Photoelastic analysis of polymerization contraction stress in resin composite restoration. *J Dent* 1998;26:165–71.

Una fórmula predictiva del estrés de contracción en los materiales de restauración y de cementado considerando las superficies libre y adherida, el volumen y a la deformación.

Objetivo

El objetivo del presente trabajo es el estudio de las tensiones generadas durante la polimerización de diferentes materiales de resina compuesta en un medio con deformación conocida, para determinar si existen diferencias en el comportamiento tensional entre los materiales y tratar de definir la relación numérica de los diferentes factores que afectan a este comportamiento en los sistemas elásticos.

Material y método

Estudiamos nueve materiales de resina de polimerización iniciada químicamente (tabla 1) en una máquina de presión-tracción (Hounsfield 5000M, Inglaterra) utilizando portamuestras cilíndricos de seis diámetros diferentes (5.81, 8.5, 11.26, 12.42, 17.02 y 23.14 mm).

Las muestras se dejan polimerizar 25 minutos registrando la fuerza que la contracción del material ejerce estando la máquina en estado estacionario. Máxima velocidad de lectura: 20 lecturas/s.

Para determinar la deformación del sistema, se realizaron 10 ensayos de tracción con los portamuestras unidos. La figura 1 representa la gráfica fuerza-deformación obtenida de estos ensayos a partir de la cual podemos obtener la ecuación no-lineal que calcula la deformación que sufre la máquina de presión-tracción y los mecanismos de conexión al material cuando tenemos una lectura determinada de fuerza.

Agrupando todos los datos obtenidos buscamos (SPSS ver 9, SPSS INC, Chicago, IL) los coeficientes A, B, C y D que mejor ajustan la fórmula no-lineal

$$T_{\max} = \text{Vol}^A * \text{SL}^B * \text{SA}^C * \text{Def}^D$$

donde T_{\max} es la tensión máxima registrada en el ensayo (N/mm^2), Vol es el volumen de la muestra (mm^3), SL es la superficie libre (mm^2), SA es la superficie adherida (mm^2) y Def es la deformación del sistema (mm) para T_{\max} .

Para individualizar cada material, con los coeficientes A, B, C y D encontrados, se calculó para cada material la constante k con la fórmula:

$$k = T_{\max} / \text{Vol}^A * \text{SL}^B * \text{SA}^C * \text{Def}^D$$

Las medias de k se compararon para los dos grupos de materiales (para restauración y para cementado) con el test no paramétrico de Kolmogorov-Smirnov.

Para comprobar el comportamiento del factor de configuración en nuestro experimento representamos el factor C versus T_{\max} .

Resultados

La deformación del sistema para registros de fuerza entre 0 y 60 N sigue la ecuación:

$$\text{Def} = 0.12 / (1 + (45.48 e^{-0.18 * F}))$$

donde Def es la deformación en mm y F la fuerza en N (figura 1).

La fórmula general con los coeficientes estimados con los datos de todos los materiales agrupados es ($r^2 = 99.17\%$)

$$T_{\max} = \text{Vol}^{-3.267} * \text{SL}^{3.283} * \text{SA}^{0.642} * \text{Def}^{0.561}$$

Los valores de K aparecen en la tabla 2. Las medias de los dos tipos de materiales varían significativamente ($Z=1.849$, $p=0.002$).

Se ha encontrado correlación entre la T_{\max} real y la predicha por la fórmula (tabla 2).

La figura 2 representa la relación entre el factor C y T_{\max} .

Conclusiones

El factor de configuración tiene un comportamiento poco esperable en los sistemas deformables, siendo su capacidad de predicción de las tensiones inversa (mayor C , menor tensión) a la que posee en sistemas "rígidos" (mayor C , mayor tensión).

Creemos que los estudios de las tensiones que se generan durante la polimerización deben llevarse a cabo en sistemas con deformación conocida.

Las tensiones que se generan durante la polimerización de los materiales adhesivos colocados en cavidades no dependen sólo de la geometría de éstas, sino también de las características y volumen del material, de la capacidad de deformación de las paredes de la cavidad y, probablemente, de factores ambientales.

Además del estudio de los factores que determinan las tensiones realizamos un análisis de cómo se producen éstas el siguiente artículo remitidos para consideración a la revista *European Journal of Oral Sciences*.

Onset of Contraction in Composite Resins: Stress Buildup

(Remitido para consideración a European Journal of Oral Sciences)

ABSTRACT

Study objective: The effect of tensions created during polymerization depends not only of their magnitude but also on the generation's rate. The aim of this study is the description of the stress build-up of the critical initial phase of polymerization.

Methodology: 300 samples of five chemically cured restoratives, four chemically cured luting and three visible-light cured restoratives resins were allowed to polymerize between pairs of metallic surfaces, with different spatial configurations, mounted in tension machine with known deformation.

Results and conclusions: The initial phase of developing of tensions has a landmark, the inflection point, where build-up rate changes from accelerating to decelerating. Tension at this point is closely related ($p < 0.0002$) with the maximum tension reached in each experiment. The velocity with which this point is reached, when the specimens are standardized, is different ($p < 0.000000001$) between the three groups of materials.

INTRODUCTION

Composite resin based materials currently used in dentistry have many physical and mechanical advantages for the restoration of dental defects and the adhesive cementation of prosthetic or orthodontic appliances. However, marginal problems (mainly fracture or recurrent caries) are detected within its use in the clinic. The majority of these shortcomings are due to contraction during polymerization.

It has been calculated in the laboratory that the loss of volume of these materials when cured is between 1.35 and 7.1%^{1,2,3,4,5}. When we place a material with these characteristics on a surface or in a cavity, contraction - limited by adhesion to surrounding walls - if doesn't create a failure in the union, will originate stress in the material, in the interface and/or in the structures which it's adhered to (tooth or cemented restoration).

The development of stress due to the polymerization contraction is a complex process⁶. In the early stages, the resin possesses a certain viscosity that will allow deformation without damage to its structure and the interface. This deformation is known as flow. The flow capacity of a material and therefore its ability to adapt to volumetric changes without generating tensions, depends on multiple factors. Among them are the quantity and type of resin⁷, quantity and type of filling within it^{7,8}, reaction initiation system (photo or auto-

initiated)^{6,7,9}, elastic modulus^{8,10,11}, presence of porosity^{8,12}, geometry of the cavity^{6,13} and probably other factors which have not been subject to enough study such as temperature, humidity etc.

When polymerization progresses, rigidity increases and flow decreases until the material reaches what has been called the gel point^{14,15}. It is from this point that stress begins to develop.

Many studies deal with the magnitude of these stresses in relation to the type of material^{7,16}, the geometry of the cavity which contains the material^{6,13,17}, or the polymerization initiation system^{18,19}, but little is known about the way in which these stresses are produced and the majority of those studies that do look at this^{8,14,15,20} do not do so exhaustively.

The way in which materials generate tensions (their stress build-up pattern) is at least as important as the magnitude of these because, within certain limits, the rhythm at which these stress develop will depend on whether or not the material, the adhesive, the tooth and the cemented restoration tolerates the magnitude of the tensions which generate the polymerization contraction.

For this reason, the object of this paper is to describe the critical initial phase of polymerization of composite based materials.

MATERIALS AND METHODS

We have studied five chemically cured restorative composite resins (Clearfil F2 (Kuraray, Osaka, Japan), Isopast (Ivoclar/Vivadent, Schaan, Liechtenstein) and Silar, P10 and Concise (3M Co, St Paul, MN, USA)), as well as four chemically cured cements, two of them composite resin materials (Resin Cement (3M) and Variolink II (Ivoclar/ Vivadent)) and two others of resin-modified glass ionomers (Vitremmer LC (3M) and Dyract Cem (De Trey/Densply GmbH, Konstanz, Germany)). Finally, we studied too three visible light cured restorative composite resins (Tetric Ceram (Ivoclar/ Vivadent), Filtek Z250 and Filtek P60 (3M)) (Table 1).

Material		n	Manufacturer	TYPE	Batch	Curing
Clearfil F2	CLE	39	Kuraray	Restorative composites	971001	Chemical
Isopast	ISO	28	Ivoclar-Vivadent		920906	
Silar	SIL	23	3M		19970418	
P10	P10	33			19970923	
Concise	CON	30			19970805	
3M Resin Cement	EXM	20		-	Resin cements	
Variolink II	VAR	13	Ivoclar-Vivadent	A00182/926854		
Vitremer LC	VTM	20	3M	Resin- modified GI cements	19970102	
Dyract Cem	DYR	25	DeTrey-Densply		9802000808	
Tetric Ceram	TET	21	Ivoclar-Vivadent	Restorative composites	A02383	
Filtek Z250	EX1	22	3M		030998	
Filtek P60	EX2	26			030998	

Table1. Materials used

We prepared 300 samples with these materials in the following way:

-The chemically cured restorative materials were mixed and placed between two metallic discs of six different diameters (5.81, 8.5, 11.26, 12.42, 17.02 and 23.14 mm.). The adhesive areas of these discs were polished with 120-grain sandpaper (Struers, Denmark) prior to each usage. The distance between discs varied between 0.02 and 5.9 mm.

-For the cements, only discs of 23.14 mm diameter were used, in which the mixed material was placed and approximated at a distance which ranged between 0.09 and 1.355 mm. Once the test was finished, the discs were separated and the adhered area of material was measured with an image analyzer (Leica QWIN 500).

-For visible light cured restorative materials, metallic rectangular specimen holders of 7.29*2.5 mm. were used, with a separation ranging from 0.095 to 3.801 mm.

In the case of chemically cured materials, the time elapsing between the start of the mix and the start of the experiment was recorded. For the photopolymerizable materials 40



seconds of light were applied (Translux CI Kulzer, power = 480 mW/cm²) after the first 10 seconds of the test, actuating from the large side of the rectangular specimen.

All samples were studied at least during 25 minutes in a pressure-traction machine (Hounsfield 5000M/ England), with a 500N cell, in stationary position, registering the forces originated by the material during polymerization. Room temperature (T° , in °C) at which each experiment was performed was also noted, and ranged from 15 to 28°C (mean = 21.5, SD = 2).

The pressure-traction machine and the connection mechanisms possess certain elasticity. With the objective of determining their deformation within the range of forces that we registered in the stress tests, 20 traction tests were carried out with the whole system rigidly fixed, but without specimen. Using the force readings and the corresponding deformation, we obtained the graph of the non-linear equation, which describes –in our system- deformation as a function of force. In this way, it was possible to calculate deformation of the system in each sample according to the force registered.

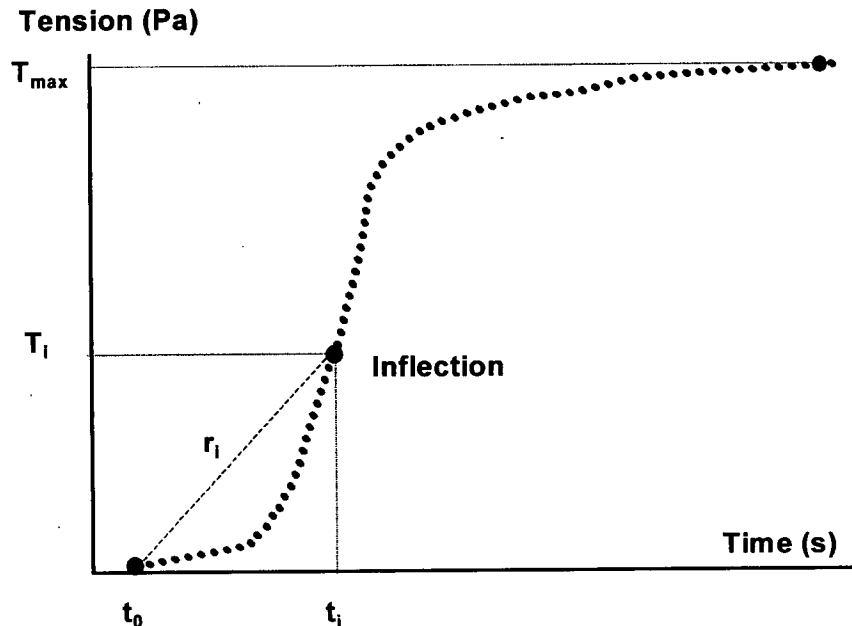


Figure 1: representation of a typical stress/time curve with its characteristic points

Once tests with the different materials were completed, we determined (figure 1):
-the moment in which tensions began (t_0).

-the inflection point of the initial S curve, which was founded looking for the grade 5 polynomial which best fitted to the portion of the curve in which this point was located; for this polynomial we found the second derivative which we equated to zero; solving this equation we had solutions for x; the solution that made the third derivative equal to zero was the value of x for the inflection point, that is to say, the moment at which the inflection point was produced (t_i); by applying this value of x to the original polynomial we found the value of y. In other words, the tension at which the point of inflection is produced (T_i).

-the maximum tension (T_m) generated by the material during the experiment.

-By dividing the tension at the inflection point by the time elapsed from gel to inflection point ($T_i/[t_i-t_0]$) we obtained the rate (in MPa/s) at which the inflection point was reached (r_i).

With all this data we determined:

-the relation between T_m and T_i –for each material–, considering temperature (T^0). We used (SPSS 9.0.1, Chicago, Ill, USA) a multiple regression model with the formula $T_m = a + b \cdot T_i + c \cdot T^0$. This model informs about the influence of T_i on T_m , for any (in the range of the study) fixed temperature.

-if r_i means were -or not- homogeneous between groups, once the samples were standardized. Standardization was carried out to avoid the fact that experimental conditions are different in all samples. To do so, we calculate a sample coefficient (v), with the formula $v = \ln [r_i / [T^0 \cdot \text{vol} \cdot f_s \cdot a_s \cdot D_i]]$, where vol is the volume (mm^3) of material used, f_s and a_s are free and adhered surfaces (mm^2) and D_i is the deformation (mm) of the measuring system for the inflection force. ANOVA test of group's means (per material) and a priori contrasts were performed in order to compare group's means. These type of contrasts allow us to test the previous (bilateral) hypothesis that the v means for different types of materials are different. These makes sense, as one would expect that v would be different between i.) chemically cured restoratives and luting materials, ii.) chemically and light-cured restoratives and iii.) chemically and light cured materials.

RESULTS

Deformation of our system in the range of registered forces (0-60 N) is governed by the equation $D = 0.12 / (1 + (45.48 \cdot e^{-0.18 \cdot F}))$, where D is the deformation (mm) and F is the registered force in N.

RELATIONSHIP T_m / T_i

Table 2 shows the output for the model $T_m = a + b \cdot T_i + c \cdot T^{\circ}$, for each material. Proposed model gives good explanations for variance of T_m (ANOVA's significance is always $p < 0.0005$).

Material	Value of coefficients			Coefficient's significance			ANOVA significance p=	Corrected r ²
	a	b	c	a	b	c		
CLE	-0.046	4.22	0.0023	0.609	1.59E-16	0.594	0	0.9663
ISO	-0.10	5.53	0.0042	0.088	3.33E-16	0.119	0	0.9307
SIL	.015	4.68	-0.0076	0.197	1.26E-14	0.152	0	0.9468
P10	-0.048	3.77	0.0032	0.588	0	0.463	0	0.9674
CON	0.047	4.15	-0.0021	0.774	0	0.787	0	0.9616
EXM	-0.057	3.05	0.025	0.153	4.48E-11	0.186	0	0.9369
VAR	-0.23	3.99	0.0090	0.180	1.33E-9	0.156	5E-9	0.9736
VTM	-0.11	3.25	.00062	0.110	9.99E-10	0.061	3E-9	0.9189
DYR	0.034	4.78	-0.0011	0.808	1.11E-16	0.866	0	0.9609
TET	-0.24	4.80	0.016	0.600	2.29E-7	0.426	9.66E-7	0.8212
EX1	0.81	3.17	-0.025	0.011	1.71E-4	0.057	4.99E-4	0.5226
EX2	0.37	4.02	-0.012	0.156	2.23E-7	0.341	9.75E-7	0.8006

Table 2.: Results for the coefficients a, b, and c in the model $T_m = a + b \cdot T_i + c \cdot T^{\circ}$, per materials

T_i is affected by a coefficient (b) with a very high significance (always $p < 0.0002$), whilst T° coefficient (c) has always poor significance (minimum $p = 0.057$).

This has to be interpreted as that T_i is a very good predictor of the variance of T_m , for any –in the range of temperatures of the study- given T° .

Figure 2 shows this relationship graphically.

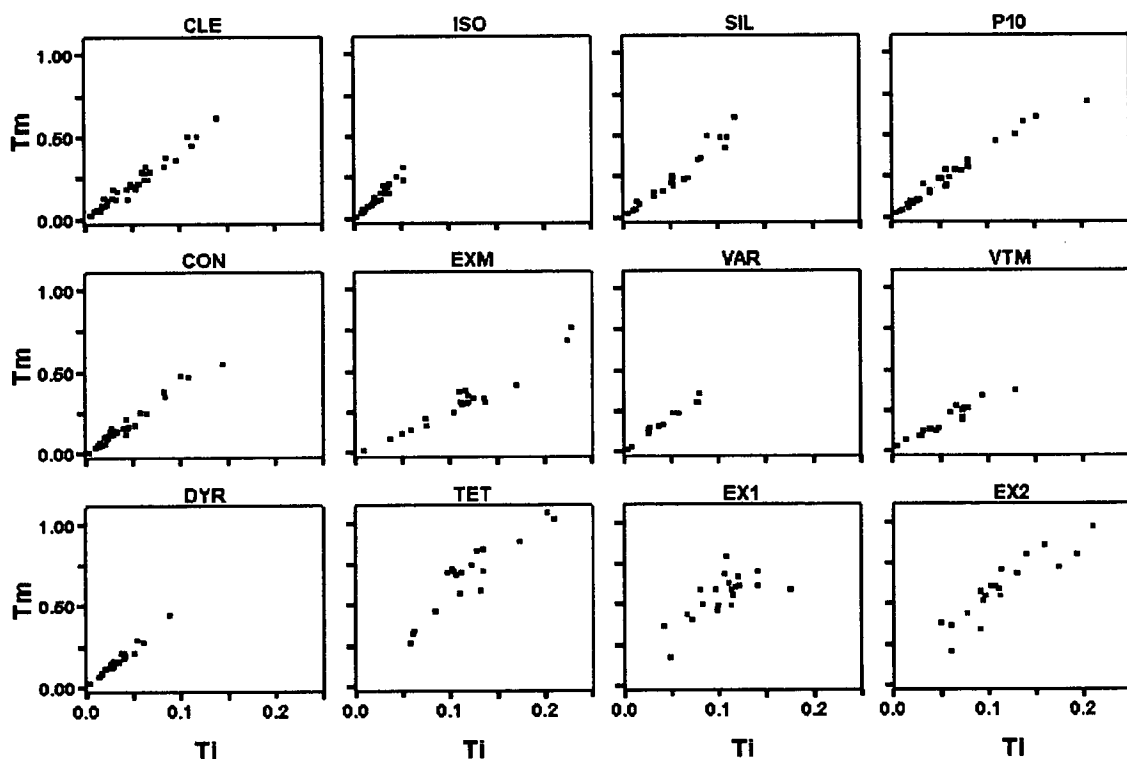


Fig. 2: relationship between tension at inflection point (Ti) and maximum tension (Tm), per materials

RATE OF INFLECTION (RI)

To standardize r_i we find the v coefficient, being $v = \ln [r_i / [T^0 * vol * fs * as * D_i]]$. The means of v ranged from -19.25 (sd = 3.65) of Clearfil to -11.13 (sd = 1.49) for Filtek P60.

Figure 3 is a representation of v coefficient for all materials.

ANOVA test shows there are statistically significant differences between the means ($F = 226.19$, $p < 0.0000000001$) of groups per material.

A priori contrasts test result in statistically significant differences between i.) chemically cured restoratives and luting materials ($p = 1.44E-8$), ii.) chemically and light-cured restoratives ($p = 3.37E-20$) and iii.) chemically and light cured materials ($p = 9.53E-20$).

DISCUSSION

DEFORMATION OF SYSTEM

It is believed that studies of contraction stress should be carried out in rigid (without compliance) systems so that all the tensions generated by the material can be registered without losing some of them in the deformation of the system^{8,12}. Moreover, this detriment in stress levels would not affect all samples in the same way: elasticity is relatively constant,

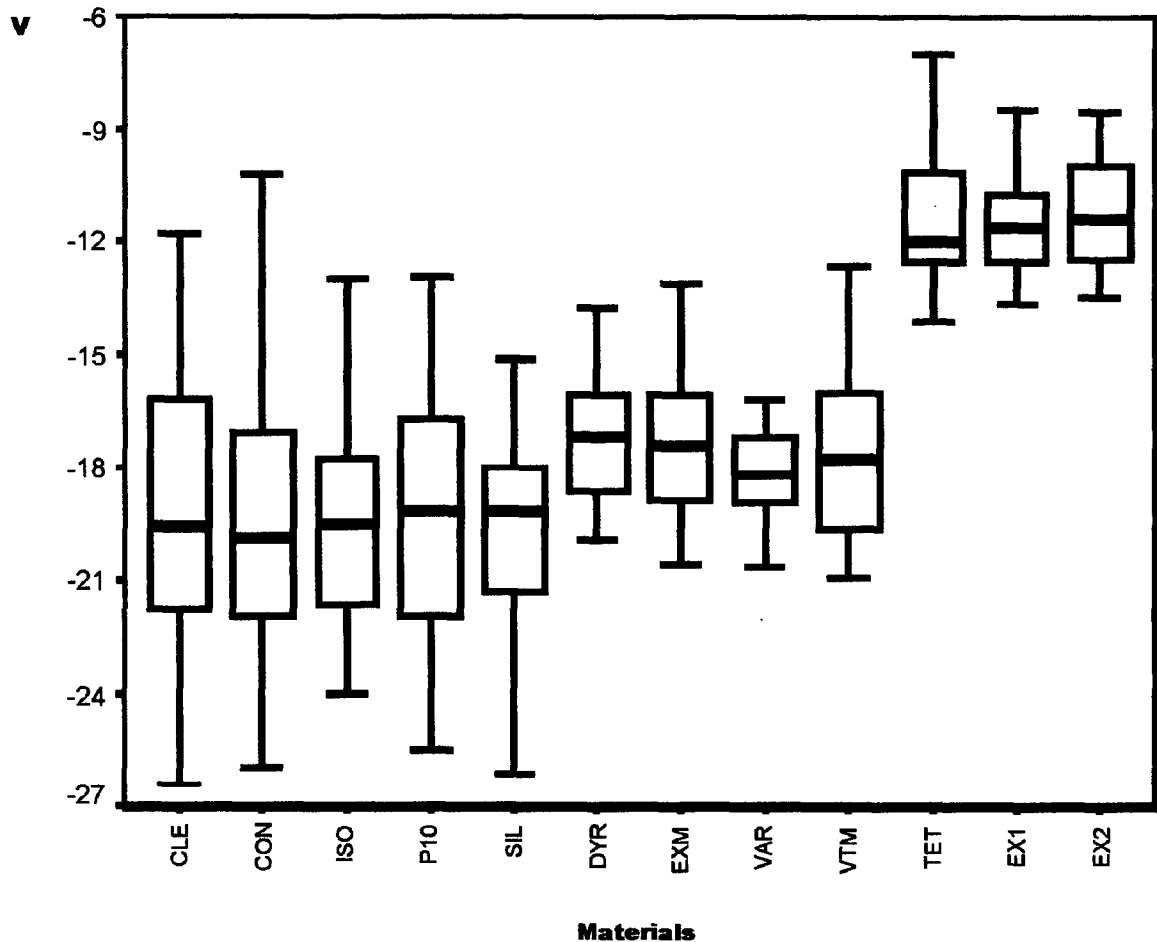


Fig.3: Boxplot of v coefficient $v = \text{Ln}[(T_i / [t_i - t_0]) / (T^\circ \cdot \text{Vol} \cdot f_s \cdot a_s \cdot D_i)]$, per materials, being T_i = tension (MPa) at the inflection point, t_i = time (s) of inflection, t_0 = time (s) of gel point, T° = temperature ($^\circ\text{C}$), Vol = volume of sample (mm^3), f_s = free surface (mm^2), a_s = adhered surface (mm^2), D_i = deformation (mm) of system at inflection

and so in small samples this elasticity would relax a high percentage of stress being the final tension data percentually much smaller than that generated by the material, whilst in larger samples results would only be a bit smaller¹².

The main problem that we find in the development of rigid systems is conceptual: rigid systems do not exist in Nature. All materials, including teeth and restorations have a certain capacity for deformation that will facilitate relaxation of, at least, a part of the tensions that originate in their vicinity.

The "rigid" model which is most widely accepted is that of Feilzer *et al.*¹³ which with a feed-back mechanism detects the changes in the distance between sample holders originated by the contraction of the material and make the lost distance to recover. This method, from our point of view, has two important inconveniences: first, it is not really rigid, because deformation is constantly allowed and recovered, and secondly correcting these

deformations originates a constant forward and backward movement of the sample holders which may cause stress to the material and distort the readings.

We believe that contraction stress studies should be carried out without trying to create a "rigid" environment, because as we have just explained this is not possible. It is better to work in a set up in which the elasticity is known or controlled. With this objective, we calculate the deformation of our system according to the force registered by the machine.

GENERAL STRESS BEHAVIOR

Using any model, there are many works about the magnitude of the tensions that are generated by the materials, but generally they do not describe the way in which these tensions are reached. In our opinion not only the value of stress which a material generates is important but also the way in which it is done. Thus, we have studied the curves of development of tensions generated during the initial phase of the polymerization of composite resins.

In this curves an initial period is observed where tensions are not detected. This is because although the resin monomers inter-react within the material to form polymeric networks with the consequent molecular packing and loss of volume ¹², a low viscosity is still conserved which facilitates flow and adapting to their new volumetric situation without generating tensions. This period has been called pre-gel ^{12,21} and as only are detected volumetric changes, not tensions, studies of this period may be carried out with the use of water or mercury dilatometers ^{3,4,5,12}.

The pre-gel period ends at the moment when tension readings begin. The initiation point of stress is called the gel point (t_0) and it is the result of polymerization progress in which, little by little, flow decreases and the rigidity of the material increases until deformation of the material is not able to compensate for the loss of volume. But contraction still occurs and begins the generation of tensions in the material, in the interface and/or in the surrounding structures. The period after the gel point is called the post-gel one ^{6,12}.

This period begins with a phase of increasingly fast generation of tensions until a point -that we have called the inflection point-, in which the velocity of stress build-up begins to increasingly decelerate. Finally a nearly stable period is reached. In it, we have registered the maximum tension of samples.

INFLECTION POINT

The inflection point is a landmark in the polymerization dynamics. When it is reached, the number of intermolecular unions being created and the rigidity of the material balance in a way that the velocity in the generation of tensions starts to decrease and thus the graphic changes from concave to convex. It would therefore be the end of an initial phase of rapid generation of tensions.

It is such a characteristic point of each material that it is able to predict extremely precisely the maximal tension that will be reached. Our results show that inflection point is related with maximum tension through the formula $T_m = a + b \cdot T_i + c \cdot T^0$. This demonstrates that tension at the inflection point is a good parameter to explain the variability of maximum tension, at a given temperature.

The existing relation between the inflection point and the maximum tension is not the same for all materials (Table 2, Figure 2). Whilst for the chemically initiated systems this relationship is clearly linear, in the photo-polymers the relationship is less clear. This is, in our opinion, due to the fact that in the light-cured materials everything happens much more quickly, so that the ascending portion of the curve is almost a straight line: the inflection point may be found but this is not as easy to define as in the chemically cured materials.

STRESS BUILD-UP

Inflection point knowledge facilitates the study of the velocity of generation of tensions for different materials. We use the slope of the line from gel point (at t_0) to inflection point. In this way, we consider the variable period in which the stress build-up is increasingly accelerating. Other authors have studied similar periods determining arbitrarily its duration (slope of the curve in the first 10 seconds)⁸, or using the maximum value of the rate of apparition of tensions (Mpa/s) versus time (s)¹⁴. This last method is similar and should be as valid as ours.

The amount of the initial acceleration must have influence in the challenges the interface, the material and the surrounding structures are submitted to. Rate at which such challenges happen is reasonably related with their effects.

We study this through what we have called v (for velocity) coefficient, an arbitrarily calculated number. Its calculation through the formula $v = \ln [r_i / [T^0 \cdot \text{vol} \cdot f_s \cdot a_s \cdot D_i]]$ intends i.) to take into account environmental (T^0 , sl , sa , D_i) and other factors (vol), different from sample to sample, that are known or supposed to have influence in stress behavior

^{6,13,17}, and ii.) to normalize the variable (through a logarithmic transformation) in order to make ANOVA test applicable, more powerful than non-parametric tests. These calculations may seem too artificial and clinically inapplicable, but has to be remarked that the meaning doesn't change: what is relevant is r_i .

We have found differences between the means of the different groups of materials. Our results show numerically what was to be expected: with regards to initial rate of stress build-up, light-cured restoratives behave different than chemically cured materials (as a group) and than chemically cured restoratives. In addition, chemically cured restoratives are different than chemically cured luting materials. This differences are related to, probably, different chemical composition, viscosity and type and amount of filling.

This results agree with others authors in the sense that the development of the stress is faster in photo than in chemically cured materials ^{8,15} being in photo cured materials the initial portion of the stress curve almost a straight line ¹⁵.

We think that the initial phases of polymerization of restorative or luting materials is crucial because failures in the interface, if they will happen, should more probably appear at this time. This is likely because on one hand, the adhesive in this phase is less mature and maximum resistance of the union has not been reached, and on the other hand the highest rate of stress build-up happens in this period. Tension keeps increasing beyond this point, but accommodation of interface to changes will be easier because the rate of their build-up is lower. This point of view coincides with numerous authors' ^{11,15,17,20} in the sense that for proper maintenance of the interface a slow development of tensions is much more beneficial.

Our results denote that chemically cured materials, which are the least used in clinic for their inconveniences (spatulation is needed, control of curing process is difficult, and chair time is extended as they take longer to polymerize), are probably the ones that develop their polymerization contraction in a more appropriate way as for maintenance of union.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study was performed as partial fulfillment of the PhD degree requirements (Dr. Miguel) and was funded, in part, by the predoctoral grant (Dr. Miguel) BE350/95-AP95 of the Ministerio de Educación y Ciencia, SPAIN.

Authors want to acknowledge all manufacturers for gently providing the materials studied and Ivoclar/Vivadent representatives in Spain, for aiding in the developing of software applied.

REFERENCES

- ¹ Tolidis K, Nobecourt A, Randall RC. Effect of a resin-modified glass ionomer liner on volumetric polymerization shrinkage of various composites. *Dent Mater.* 14:417-423. 1998.
- ² Puckett AD, Smith R. Method to measure the polymerization shrinkage of light-cured composites. *J Pros Dent.* 68:56-58. 1992.
- ³ Lai JH, Johnson AE. Measuring polymerization shrinkage of photo-activated restorative materials by a water-filled dilatometer. *Dent Mater.* 9:139-143. 1993.
- ⁴ Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Curing contraction of composites and glass-ionomer cements. *J Pros Dent.* 59(3):297-300. 1988.
- ⁵ De Gee AJ, Davidson CL, Smith A. A modified dilatometer for continuous recording of volumetric polymerization shrinkage of composite restorative materials. *J Dent.* 9(1):36-42. 1981.
- ⁶ Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Quantitative determination of stress reduction by flow in composite restorations. *Dent Mater.* 6:167-171. 1990.
- ⁷ Condon JR, Ferracane JL. Polymerization contraction stress of commercial composites. *J Dent Res.* 77: 639. Abstr. No. 59. 1998.
- ⁸ Bouschlicher MR, Vargas MA, Boyer DB. Effect of composite type, light intensity, configuration factor and laser polymerization on polymerization contraction forces. *Am J Dent.* 10:88-96. 1997.
- ⁹ Krejci I, Lutz F. Marginal adaptation of class V restorations using different restorative techniques. *J Dent Res.* 19:24-32. 1991.
- ¹⁰ Feilzer AJ, Braem M, de Gee AJ, Davidson CL. Stresses in composites due to polymerization shrinkage. *J Dent Res.* 65:551 Abst No 115. 1986.
- ¹¹ Braem M, Lambrechts P, Vanherle G, Davidson CL. Stiffness increase during the setting of dental composite resins. *J Dent Res.* 66:1713-1716. 1987.

-
- ¹² Davidson CL, Feilzer AJ. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. *J Dent.* 25:435-440. 1997.
- ¹³ Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res.* 66:1636-1639. 1987.
- ¹⁴ Versluis A, Sakaguchi RL, Douglas WH. Stress development in composite resins during polymerization. *J Dent Res.* 73: 226 Abstr. No. 1000. 1994.
- ¹⁵ Watts DC, Cash AJ. Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light-cured materials: methods development. *Dent Mater.* 7:281-287. 1991.
- ¹⁶ Davidson CL, Van Zeghbroek L, Feilzer AJ. Destructive stress in adhesive luting cements. *J Dent Res.* 1991; 70:880-882. 1991.
- ¹⁷ Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer A. The competition between the composite dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res.* 63(12):1396-1399. 1984.
- ¹⁸ Venhoven BAM, Rezende JA, Feilzer AJ . Contraction stress using a standard and a high energy light. Research number 98015. Academic Center for Dentistry Amsterdam. 1998.
- ¹⁹ Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composites for two different curing modes. *Dent Mater.* 9:2-5. 1993.
- ²⁰ Venhoven BAM, de Gee AJ, Davidson CL. Light initiation of dental resins: dynamics of the polymerization. *Biomaterials.* 17:2313-2318. 1996.
- ²¹ Bausch JR, de Lange C, Davidson CL, Peters A, de Gee AJ. Clinical significance of polymerization shrinkage of composite resins. *J Pros Dent.* 48:59-67. 1982.

Desarrollo de la contracción en las resinas compuestas: formación del estrés (Remitido para consideración a European Journal of Oral Sciences)

Objetivo

Describir la manera en la que se genera el estrés de contracción en la crítica fase inicial de la polimerización.

Material y método

Estudiamos nueve materiales de resina de polimerización iniciada químicamente utilizando portamuestras cilíndricos de seis diámetros diferentes (5.81, 8.5, 11.26, 12.42, 17.02 y 23.14 mm) y tres resinas compuestas fotopolimerizables para restauración con portamuestra rectangulares (7.29*2.5 mm), en una máquina de presión-tracción (Hounsfield 5000M, Inglaterra) (tabla 1).

A las muestras de materiales fotopolimerizables se les aplica 40 segundos de luz y, a todas, se las deja polimerizar 25 minutos registrando la fuerza que la contracción del material ejerce estando la máquina en estado estacionario y la temperatura a la que se realiza el experimento (T°).

Se calcula la deformación del sistema de igual manera que en el trabajo anterior.

Una vez terminados los ensayos se determina (figura 1):

-el momento de inicio de las tensiones (t_0)

-el punto de inflexión de la porción inicial de la gráfica, definido por la tensión a la que se produce (T_i) y el momento en el que se produce (t_i)

-la tensión máxima registrada durante la prueba (T_m)

-la pendiente entre el momento de inicio de las tensiones y el punto de inflexión, que representa el ritmo con el que se alcanza el punto de inflexión (r_i)

Con todos estos datos calculamos:

-la relación entre T_m y T_i para cada material

-si, una vez estandarizadas las muestras, existen diferencias, entre los diferentes tipos de materiales, en el ritmo con el que se alcanza el punto de inflexión.

Resultados

Relación T_m / T_i

La tabla 2 muestra los resultados del modelo $T_m = a + b \cdot T_i + c \cdot T^{\circ}$.

La figura 1 muestra la relación T_m-T_i gráficamente.

Ritmo de inflexión (ri)

El ritmo de inflexión estandarizado como $v = \ln [r_i / [T^0 * vol * sl * sa * D_i]]$ aparece representado para todos los materiales en la figura 3.

Se han encontrado diferencias estadísticamente significativas entre las medias de cada grupo de materiales ($F = 226.19$, $p < 0.0000000001$).

Conclusiones

Cuando estudiamos las tensiones que generan los materiales durante la polimerización no sólo debemos prestar atención a su magnitud, sino también al ritmo al que éstas se generan.

Creemos que la fase más importante para el mantenimiento de la interfase es la inicial de la contracción de los materiales, ya que de ocurrir fallos en la misma sucederán al principio que es cuando la unión está más inmadura.

Hemos descrito un nuevo método que estudia y cuantifica el ritmo de la fase inicial de aparición de tensiones hallando un punto, el de inflexión, que está estrechamente relacionado con la tensión máxima que va a generar el material.

Encontramos, como ya conocíamos, que los materiales que contraen de una manera más brusca y que, por tanto, deben ser más negativos para la interfase, son los fotopolimerizables, curiosamente los que más empleamos:

DISCUSIÓN

Estudio de la porosidad de los materiales a base de resina

Los estudios de porosidad

Los estudios de la porosidad presente en los materiales dentales son muy escasos en la literatura.

La mayor parte de ellos parten de la premisa de que la presencia de porosidad, ya sea la interna del material o la que se crea al atrapar aire durante su colocación, es negativa ya que va a empeorar las propiedades mecánicas y estéticas de la restauración. Por ello su principal objetivo es el de determinar que materiales presentan menor porosidad y describir las técnicas de aplicación más adecuadas para evitar fallos en el relleno. Así aconsejan el uso de materiales fotopolimerizables, que por no necesitar espátulado presentan menor número de poros y de menor tamaño ^{55,63} o si necesitan mezcla es preferible el uso de cápsulas que la mezcla manual ⁷⁹. Hay además que tener en cuenta en todos los casos que la mayor viscosidad del material va a dar como resultado una mayor porosidad por lo que debe prestarse atención a la temperatura a la que se maneja (cuando disminuye la temperatura aumenta la porosidad) y a los tiempos de mezcla y colocación (si se demoran se detectan más poros) ⁷⁰. Por último todos los autores ^{64,66,67,71,72,73,74} coinciden en que el método de aplicación mas adecuado para reducir la porosidad es la jeringa.

En 1991 Davidson y cols. ⁸⁰ publicaron un trabajo en el que estudiaban las tensiones que se generaban en capas de cemento al polimerizar. En él plantean la hipótesis de que la presencia de porosidad originada por la mezcla de la resina compuesta podría actuar como superficie libre aumentando la capacidad de fluir del material y disminuyendo el factor de configuración de la cavidad. Basándose en esta idea Alster y cols. ⁵⁶ realizan un trabajo en el que estudian la porosidad y el comportamiento tensional de materiales de resina. Para ello crean a partir de una resina sin relleno cuatro materiales experimentales: el primero de ellos es un resina sin poros, el segundo un resina con porosidad media, el tercero una con alta porosidad y el último una de alta porosidad

pero creada en una atmósfera de nitrógeno para estudiar si la inhibición del oxígeno influye en el mayor o menor *flow* a costa de los poros. Con estos materiales realizan dos tipos de experimentación, una para el estudio de la porosidad y otra para el registro de las tensiones que generan al polimerizar. El estudio de la porosidad lo llevan a cabo colocando el material entre dos vidrios, observándolo con un microscopio óptico de luz transmitida (50x) y contando y midiendo los poros presentes con un analizador de imagen. Para el estudio de las tensiones emplean un tensiómetro con un sistema de *feedback* para evitar desplazamientos y determinan el máximo estrés del ensayo y la tasa de desarrollo del estrés en el primer minuto que transcurre desde que se empiezan a detectar las tensiones. Concluyen que la presencia de poros disminuye el nivel del estrés y la tasa de generación de estrés del material y que si estos poros contienen oxígeno esta disminución es mayor.

A partir de este trabajo se empieza a plantear que la presencia de porosidad en los materiales no es algo únicamente desventajoso, ya que junto con los inconvenientes que presentan también podrían tener ventajas en lo que respecta a su efecto beneficioso en la liberación de tensiones y por tanto en el mantenimiento de la integridad marginal de las restauraciones.

Un enfoque muy interesante, desde nuestro punto de vista, a esta cuestión de las ventajas y desventajas de la porosidad presente en los materiales, es el planteado por Condon y Ferracane ²³, que tras estudiar resina con relleno silanizado y no silanizado concluyen que toda la superficie de matriz de resina que no se encuentra perfectamente adherida a las partículas de relleno actúa de manera similar que la superficie de los poros, es decir como superficie libre interna deformable, con la ventaja de que al no existir vacíos en el material las propiedades mecánicas no se comprometerán tanto.

El método experimental

El método experimental que hemos empleado es similar al utilizado por autores como Alster y cols. ⁵⁶ y Mitchell y Douglas ⁷⁹ en lo que se refiere a la preparación de las muestras entre dos vidrios y a su observación con microscopio óptico. Difiere en la manera en que se ha analizado la presencia de poros. Mientras que estos autores utilizan un analizador de imagen, nosotros fotografiamos las muestras, las proyectamos, dibujamos los poros sobre papel y sobre estos dibujos contamos y medimos. Nuestra meto-

dología es por tanto más laboriosa y rudimentaria, pero tiene como ventaja que es reproducible y asequible y por tanto accesible a cualquier investigador.

Además, esta manera de analizar los datos nos permite introducir un aspecto que no aparece en ningún trabajo de los que hemos consultado, que es el hecho de fotografiar todos los poros presentes en el espesor de la muestra, mediante la fotografía seriada con ligeras variaciones de enfoque. La proyección sobre la misma pantalla de papel de las diferentes tomas de un mismo campo de una misma muestra nos va a permitir dibujar y posteriormente analizar toda la porosidad presente.

Solamente hemos encontrado un artículo ⁵⁵ que estudia la porosidad presente en volúmenes de material, pero lo hace de una manera diferente: elabora discos de resina compuesta de 1.8 mm de espesor y los va puliendo y fotografiando cada 100 μm . De esta manera se estudia toda la muestra, pero este método tiene el inconveniente de que al pulir se puedan eliminar poros de diámetro pequeño.

Aparte de la colocación de los materiales entre dos cristales, en la literatura encontramos otras metodologías para el estudio de los poros.

Entre ellas se encuentran aquellos trabajos que, a partir de muestras cilíndricas ^{55,63,65,67,70,72,73,81} o de cavidades rellenas de material ⁷¹, realizan una ^{63,67} o más secciones ^{65,71} o pulen ^{55,70,72,73,81} con el fin de obtener una superficie en la que estudiar la presencia de poros. Los problemas que presentan estas técnicas son, en primer lugar, que requieren una limpieza exhaustiva de la superficie para evitar que los restos del corte o del pulido se queden en los poros y los enmascaren, en segundo lugar, que, en ocasiones, la porosidad no es muy patente, por lo que algunos autores, para mejorar su visión, recurren a colocar en la superficie un tinte ^{55,71,73}, cera de carbono ⁷⁰ o una capa de aluminio ⁷² y, por último, como sólo estudian una superficie no pueden determinar la cantidad de porosidad por volumen de material.

Estos inconvenientes no los tienen las técnicas que determinan el volumen de poros por volumen de material mediante el uso de porosímetros de mercurio ⁶¹ o a partir de cálculos conociendo el volumen y el peso de la muestra y la densidad del mismo material no poroso ⁷⁵. Sin embargo, con estas metodologías no determinamos las características de los poros en lo referente a su tamaño, y necesitamos, con la primera de ellas una tecnología muy sofisticada, y con la segunda conocer la densidad del material no

poroso, algo que en muchos casos no es sencillo y necesita basarse en estimaciones con el consiguiente error que ello puede generar.

Por último, podemos citar los métodos que utilizan radiografías para determinar los defectos de llenado de las cavidades ⁷⁴ y el uso de microscopio electrónico para estudiar el posible contenido de los poros y las características de su superficie ^{55,66}.

La magnificación empleada

Los aumentos a los que hemos estudiado los poros han sido de 294x en nuestro primer trabajo, de 100x en el segundo y de 256x en el último. Hemos encontrado trabajos que utilizan 4x ⁷¹, 23.75x ⁷³, 50x ⁵⁶, 100x ⁸¹, 117.6x ⁷⁹, 130x ⁷⁰, 277x ⁶⁷ y 576x ⁶³, por lo que podemos afirmar que la magnificación que hemos empleado parece ser adecuada para detectar la porosidad presente en los materiales.

Los campos estudiados

En nuestros dos primeros trabajos estudiábamos tres campos periféricos y uno central, por que creíamos que al presionar el material con el cristal superior, durante la elaboración de las muestras, los poros se desplazarían hacia la parte más externa, originándose una mayor porosidad en los campos periféricos. Al estudiar más estas zonas que las centrales, nuestros resultados detectarían con mayor precisión el número de poros del material.

Además encontramos otro trabajo ⁶³ que hacía algo similar analizando cuatro campos periféricos y uno central.

Posteriormente detectamos que no existían diferencias entre ambas áreas de las muestras, por lo que pasamos a estudiar un campo periférico y uno central, lo que agiliza algo la realización del estudio que resulta ya de por sí bastante laboriosa.

El almacenamiento de las muestras

En la revisión de la literatura hemos encontrado que son muchos los autores que almacenan sus muestras antes de realizar las observaciones. Así, algunos las almacenan 24 horas, en agua ⁷¹ a 37° C ⁷⁹ con el fin de que las muestras no se deterioren. Otros, para permitir la expansión higroscópica del material las guardan durante una semana, en agua o solución salina fisiológica a 37° C ^{61,63,69}, o durante una semana en condiciones ambientales ^{70,73} para permitir un total curado. Por último encontramos un trabajo ⁷⁵ que mantenía los especímenes dos días en glicerol, para prevenir la inhibición

de la polimerización por parte del oxígeno, y el resto del tiempo, hasta completar cuatro semanas, en agua a 37° C.

Nosotros no hemos creído necesario adoptar ninguna medida especial para el almacenamiento de las muestras, porque buscábamos estudiar los poros presentes en el material en los estadios iniciales de su polimerización que es cuando se desarrollan y se contrarrestan o no las tensiones. Por ello intentamos fotografiar las muestras tras su elaboración. Cuando esto no fue posible se almacenaron un máximo de 24 horas, al 100% de humedad y a temperatura ambiente, con el fin de evitar que se alteraran.

Los materiales empleados

Los materiales que hemos empleado para la realización de las muestras han sido resinas compuestas y vidrios ionómeros modificados con resina para restauración y para cementado, la mayoría de polimerización iniciada químicamente, aunque también hemos empleado alguno fotopolimerizable.

La elección de los primeros materiales estudiados, que fueron cementos de resina compuesta, la realizamos porque a estos materiales no se les piden altas prestaciones mecánicas y se colocan en cavidades muy restrictivas, con poca superficie libre externa, lo que probablemente haga que la presencia de porosidad juegue un papel beneficioso importante.

Posteriormente ampliamos el estudio a los materiales que contenían también vidrio ionómero y últimamente nos estamos centrando en el estudio de la porosidad de los materiales con los que realizamos mediciones de las tensiones que se generan durante la polimerización, con el fin de, en un futuro, poder relacionar los resultados de ambos estudios.

Análisis de los resultados obtenidos

Como no conocemos qué nivel de porosidad es el adecuado para facilitar la liberación de tensiones sin afectar en demasía las propiedades mecánicas del material, no podemos determinar cual o cuales de los materiales estudiados son más adecuados para el uso en clínica.

Lo que sí hemos determinado es que existen diferencias, en lo que se refiere a los niveles de porosidad, entre materiales en principio similares, lo que probablemente sig-

nifique que su comportamiento, mecánico, estético o tensional, va a ser diferente. Por ello creemos que deberían ampliarse los estudios en este campo con el objetivo de conocer exactamente el papel que juega la porosidad en el complejo mundo del comportamiento de los materiales.

Estudio de las tensiones que se generan durante la polimerización de los materiales de resina compuesta

Estudio de las tensiones de polimerización con máquinas de presión-tracción

La contracción de polimerización de los materiales de resina compuesta puede estudiarse con diversos métodos. Unos detectan cambios volumétricos, otros contracción lineal y los últimos deformación de estructuras adyacentes.

Entre los primeros se encuentran los dilatómetros de mercurio ^{9,10,82} y de agua ^{11,83,84}, en los cuales la muestra de material se deja polimerizar en una cavidad calibrada rellena con mercurio o agua. Cualquier cambio volumétrico de la muestra al polimerizar hará que el mercurio o el agua cambien su altura en la escala del dilatómetro determinando el porcentaje de contracción volumétrica del material al polimerizar. Estos métodos requieren la medición de la densidad del material, que el control de la temperatura sea muy cuidadoso con el fin de que ésta se mantenga constante y en algunos materiales hay que tomar medidas especiales para la inmersión en agua o mercurio ⁸⁵. La ventaja que presentan es que estudian toda la contracción, la pregel y la postgel ⁷.

Otro método que mide cambios volumétricos utiliza gas Helio, y presenta como ventajas que es menos laborioso que los dilatómetros de agua o de mercurio, que se puede utilizar en materiales sensibles a la absorción acuosa y que no requiere un control muy riguroso de la temperatura ¹⁴.

La contracción lineal puede ser registrada con el linómetro ^{53,59,86}, que consiste en medir los cambios en la longitud de la muestra con un detector de desplazamiento óptico que no contacta con ella.

Por último, nos encontramos con los métodos que estudian la contracción de polimerización por la deformación que ésta ejerce sobre estructuras adyacentes. Entre ellos se encuentra el método de la deflexión del disco ^{13,32,87,88} en el que con un traductor se detecta la deformación que sufre una superficie flexible por acción de la contracción de polimerización del material, las células de deformación ^{7,89} y los estudios con tensiómetros.

Otras metodologías como las de fotoelasticidad ^{34,36} y el análisis de elementos finitos ³⁵ estudian también la contracción de polimerización pero analizando los vectores de estrés que ésta origina.

Nuestro trabajo ha sido realizado con un tensilómetro consistente en una máquina de presión tracción (Hounsfield H5000M con una célula de carga de 0-500 N) en posición estacionaria. Los estudios con tensilómetros se basan en la deformación que el material ocasiona en la célula de carga de la máquina, que se transforma en lecturas de fuerza ³⁰. El inconveniente que tienen este tipo de estudios es que al necesitar que el material sea capaz de ejercer una fuerza para deformar las estructuras adyacentes, sólo van a monitorizar la parte postgel de la contracción ⁷, aunque este inconveniente es relativo ya que la contracción "rígida" es la que va a tener relevancia clínica ⁹⁰. Sus ventajas son, en primer lugar, que es el método más empleado ⁷, en segundo lugar, que permite simular situaciones cavitarias y estudiar cantidades muy diversas de material y, por último, que no necesita un control de la temperatura ni de otros factores ambientales ya que el material se estudia en las condiciones ambientales habituales de la clínica.

Además, si tenemos en cuenta que los resultados que se obtienen para un mismo material con diferentes métodos pueden variar de manera muy importante ^{7,30}, en nuestro caso, que inspiramos nuestro estudio en los trabajos con tensilómetro de Feilzer y cols. ⁵⁴ para poder comparar nuestros resultados con los de ellos decidimos utilizar el mismo método experimental.

El programa informático

Para el registro de los datos de fuerza que la máquina de presión-tracción proporcionaba desarrollamos un programa informático capaz de almacenar la fuerza (Newtons), el desplazamiento (mm) y el momento en el que esto sucede (segundos) con una velocidad de hasta 20 lecturas por segundo, permitiendo guardar los datos en dos intervalos de diferente velocidad.

El programa es capaz de detectar la cantidad de memoria RAM disponible al comienzo de la prueba, y mostrar cual es su espacio máximo de almacenamiento en dicha memoria con el fin de que no se pierdan datos, lo que ocurriría si cada lectura debiera almacenarse en disco, pues esto no puede hacerse a tanta velocidad.

El objetivo que se buscaba cuando se diseñó el programa era conseguir un volumen grande de datos referidos a los momentos más críticos.

La opción, seleccionable a voluntad, de un segundo intervalo de lecturas a una velocidad diferente, aplicable después del primero de alta velocidad, se incluyó para hacer los registros de las fases no críticas, con el fin de que el volumen de los datos no sea muy grande aunque el periodo estudiado lo sea. Esta opción permite elegir con que demora (a partir de un segundo hasta horas) se almacenarán los datos en el disco en la segunda fase de lecturas.

En nuestro estudio utilizábamos el programa a su máxima velocidad de lectura en los primeros 600 segundos y en el resto del ensayo (hasta completar 1500 segundos (25 minutos)) realizábamos una lectura por segundo.

La deformación del sistema

Siempre se ha pensado que los estudios de las tensiones que origina la contracción de polimerización debían llevarse a cabo en sistemas rígidos porque si existía deformación de las estructuras que rodeaban al material objeto de estudio parte de las fuerzas originadas por éste al polimerizar se perdería en deformar estas estructuras y el registro que obtendríamos sería menor que el real ^{7,27}. Además esta pérdida no afectaría de igual manera a todas las muestras, ya que al ser la elasticidad de las estructuras circundantes relativamente constante, las muestras pequeñas emplearían una gran parte de las tensiones que generan en deformar el sistema, siendo la lectura final mucho más pequeña que la real, mientras que en las muestras grandes, al necesitar sólo una pequeña parte de sus tensiones para deformar el entorno, las lecturas serían sólo un poco menores de las reales ⁷.

Esta forma de interpretar la realidad ha llevado, por una parte, al intento de desarrollar sistemas rígidos y, por otra, a la infravaloración de los trabajos que se hacían en condiciones no rígidas.

Desde nuestro punto de vista, el problema que presenta el intentar crear un medio rígido en los estudios de las tensiones que se generan durante la polimerización, es que los medios rígidos no existen, pues todo en la Naturaleza es más o menos deformable. Y mucho menos existe esa pretendida rigidez en los estudios con tensiómetros, ya que estos se basan en medir la deformación que se produce sobre la célula de carga, es decir, necesitan que se produzca una deformación (la de la célula de carga) para medir.

Los investigadores del grupo de ACTA en un intento de dotar de rigidez a sus ensayos desarrollaron un mecanismo de *feed-back* que cuando detectaba disminución de la

distancia entre los portamuestras los obligaba a separarse hasta recuperar la distancia perdida ($\pm 0.2 \mu$)⁵⁴. Esta solución ha sido la más aceptada hasta la fecha, pero para nosotros presenta dos desventajas. En primer lugar, con este método no se crea un entorno rígido, ya que la deformación, aunque sea pequeña ($\pm 0.2 \mu$), se sigue permitiendo, y en segundo lugar, los constantes movimientos de deformación-recuperación de la distancia perdida no se corresponden con nada que ocurra en la realidad y deben o pueden originar en el material un estrés que distorsionará las lecturas.

En trabajos posteriores^{7,91,92,93} este grupo de investigación empieza a realizar estudios permitiendo una pequeña deformación y obtiene resultados diferentes a los que había encontrado hasta entonces. Reconocen además que los dientes permiten deformación, lo que les hace afirmar que los resultados reales no deben ser tan malos como los que se podría esperar según publicaciones anteriores.

El problema, desde nuestro punto de vista, debe enfocarse de la siguiente manera: lo que necesitamos saber no son las tensiones que el material origina cuando su ambiente no permite ningún tipo de deformación, porque eso, aparte de imposible de determinar con la metodología actual, no tiene ninguna utilidad, ya que los materiales no se colocan en medios rígidos. Lo que importa es el efecto del comportamiento tensional de los materiales en el diente.

Los dientes crean para el material un entorno deformable. Se ha calculado que el esmalte posee un módulo de deformación o módulo de Young (E) de entre 74 y 107 GPa⁹⁴, y el de la dentina, según diferentes estudios, se sitúa entre 10.3 y 29.8 GPa^{94,95,96,97,98}. Esto significa que, cuando el material contrae al polimerizar, en un principio la deformación del diente compensará esta contracción sin que se originen tensiones. Poco a poco, si el material sigue contrayendo, la deformación elástica del diente se sobrepasará y se empezarán a acumular tensiones en el diente, en el material y en la interfase. Este estrés es el que va a producir las consecuencias negativas que ocasiona la contracción de polimerización de los materiales y el que debemos conocer y estudiar.

La manera que proponemos de estudiar estas tensiones supone un cambio de mentalidad, y consiste en estudiar los materiales permitiendo que nuestro sistema de medición se deforme de una manera conocida e incluyendo en los cálculos el valor de esta deformación. Esto nos va a permitir extrapolar los datos a la situación clínica, ya que sólo necesitaremos conocer la deformación de las estructuras dentarias o de restauración sobre las que se coloca el material para predecir su comportamiento tensional.

Los registros tensionales que hemos obtenido realizando los experimentos de esta manera, es decir permitiendo la deformación del sistema, son menores que los realizados por otros autores que han utilizado sistemas "rígidos". Además, el entorno en el que hemos realizado nuestras mediciones (la máquina de presión-tracción) y al que se ha permitido deformarse es fundamentalmente de acero, que con un módulo de elasticidad de aproximadamente 200 GPa⁹¹, supone un medio más rígido que el diente, por lo que es de esperar que las tensiones en la realidad sean incluso menores que la que nosotros hemos registrado.

Las condiciones de los ensayos

Las condiciones ambientales a las que se realiza un experimento pueden influir en sus resultados y deben tenerse en cuenta.

En nuestro caso en cada uno de los ensayos hemos registrado la temperatura ambiente a la que han sido realizados y nos hemos encontrado, tal como se observa en la figura 2, que ésta ha sido muy variable. Por ello la hemos tenido en cuenta en todos los cálculos, encontrando que su inclusión sólo era importante, como cabría esperar, en el estudio de la cinética de las fases iniciales de la polimerización.

Otros factores ambientales, como son la presión atmosférica, la humedad..., probablemente también influyan en el comportamiento de los materiales. Nosotros no los hemos contemplado, lo que nos ha impedido determinar su posible influencia.

Los materiales empleados

Los materiales que hemos utilizado para el presente estudio han sido resinas compuestas para restauración y para cementado y cementos de vidrio ionómero modificados con resina para cementado.

En el primer trabajo que se incluye todos eran de polimerización iniciada químicamente y en el segundo utilizamos también fotopolimerizables.

Los primeros materiales que utilizamos (Clearfil F2, Silar, Concise y P10) los seleccionamos porque eran los que se habían empleado en trabajos similares al nuestro. Completamos este grupo con la inclusión de otra resina compuesta para restauración quimiopolimerizable de características similares (Isopast).

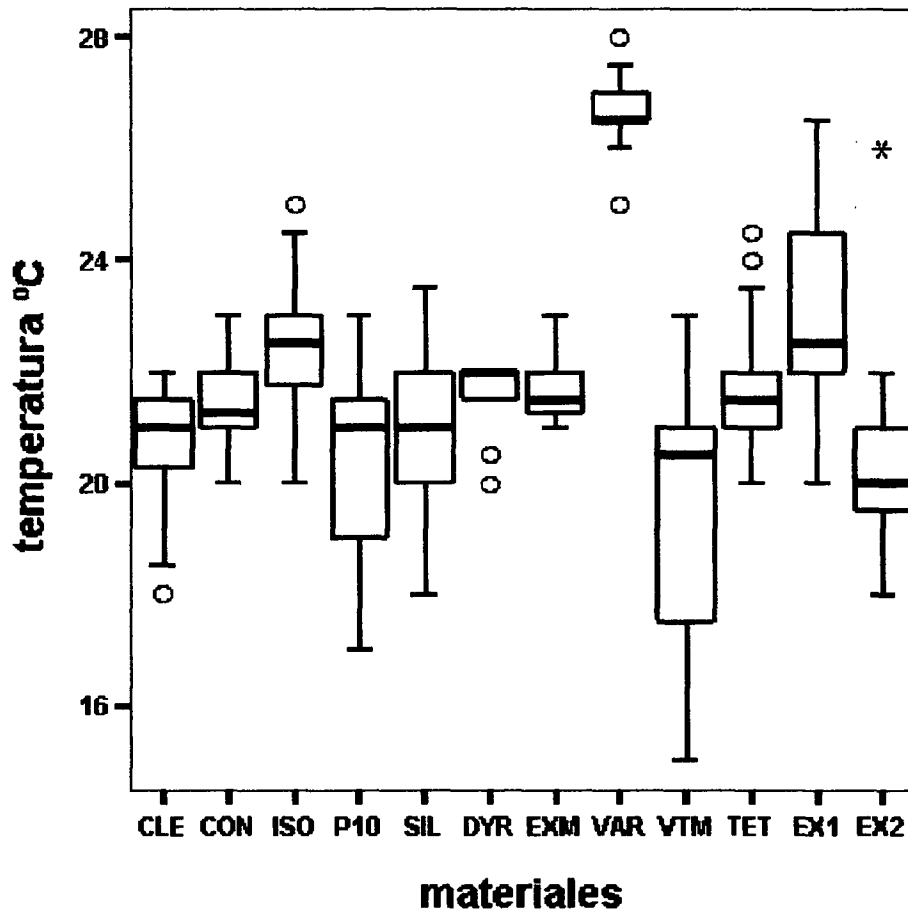


Fig. 2: temperaturas a las que se realizaron los ensayos

Con el fin de poder comparar grupos de materiales introdujimos en el estudio los materiales para cementado, que fueron de dos tipos: cementos de resina compuesta (Variolink II y un cemento experimental (EXM241) que posteriormente se ha comercializado con el nombre de 3M Resin Cement) y cementos de vidrio ionómero modificados con resina (Vitremer LC y Dyract Cem).

Por último realizamos muestras con resinas compuestas para restauración fotopolimerizables (Tetric Ceram, Filtek Z250 y Filtek P60).

Con el uso de todos estos materiales creemos que abarcamos gran parte de los tipos empleados en clínica, lo que da a la alta significación estadística obtenida en los resultados una gran importancia.

Las cantidades de material empleadas

En las figuras 3 y 4 podemos ver por materiales con que área de portamuestra se han realizado los ensayos y a que distancia se situaban en el caso de los materiales quimiopolimerizables.

Para los materiales fotopolimerizables sólo se utilizó un área de portamuestra fija (18.225 mm²) y las distancias a las que éstos se colocaron para cada material son las que se observan en la figura 5.

La diversidad de áreas y de distancias da como resultado una amplia variedad de volúmenes estudiados (figura 6) parte de los cuales se sitúa fuera del rango de volúmenes empleados en clínica. Este rango no está determinado con exactitud, pero a partir del estudio de de la Macorra y Gómez Fernández ⁹⁹, que medía cavidades en dientes naturales, podemos calcular que el volumen de material capaz de albergar una cavidad de clase I es de unos 23 mm³ y en el caso de las clases II, de unos 67 mm³.

El motivo por el que no estudiamos solamente cantidades de material similares a las que se emplean en clínica, es porque esto supondría limitarnos a una variabilidad muy pequeña que dejaría sin explorar el comportamiento del material en situaciones más extremas que las clínicas. Cuando se intenta, como en nuestro caso, formular una predicción de comportamiento, es generalmente bueno hacer las simulaciones en rangos grandes. Ello tiene ventajas indudables e inconvenientes inevitables. La principal ventaja es que, si se es capaz de formular una predicción que tenga un comportamiento biológicamente plausible y coherente en un rango grande, es más probable que sea cierta. Los principales inconvenientes son, en primer lugar, que, desde luego, no se puede estar completamente seguro de que la relación a estudiar sea estable en todo el espacio ideado, y, en segundo lugar, y tal y como señala Ogden ⁵⁵, está la posibilidad de que, al estudiar grandes cantidades de material, la mezcla podría ser inadecuada y prolongada incorporándose un gran número de defectos al espécimen. En nuestra experimentación hemos respetado los tiempos de mezcla recomendados por el fabricante y, aunque el espatulado subjetivamente nos ha parecido correcto, este inconveniente es posible que afecte de alguna manera a las muestras de mayor volumen.

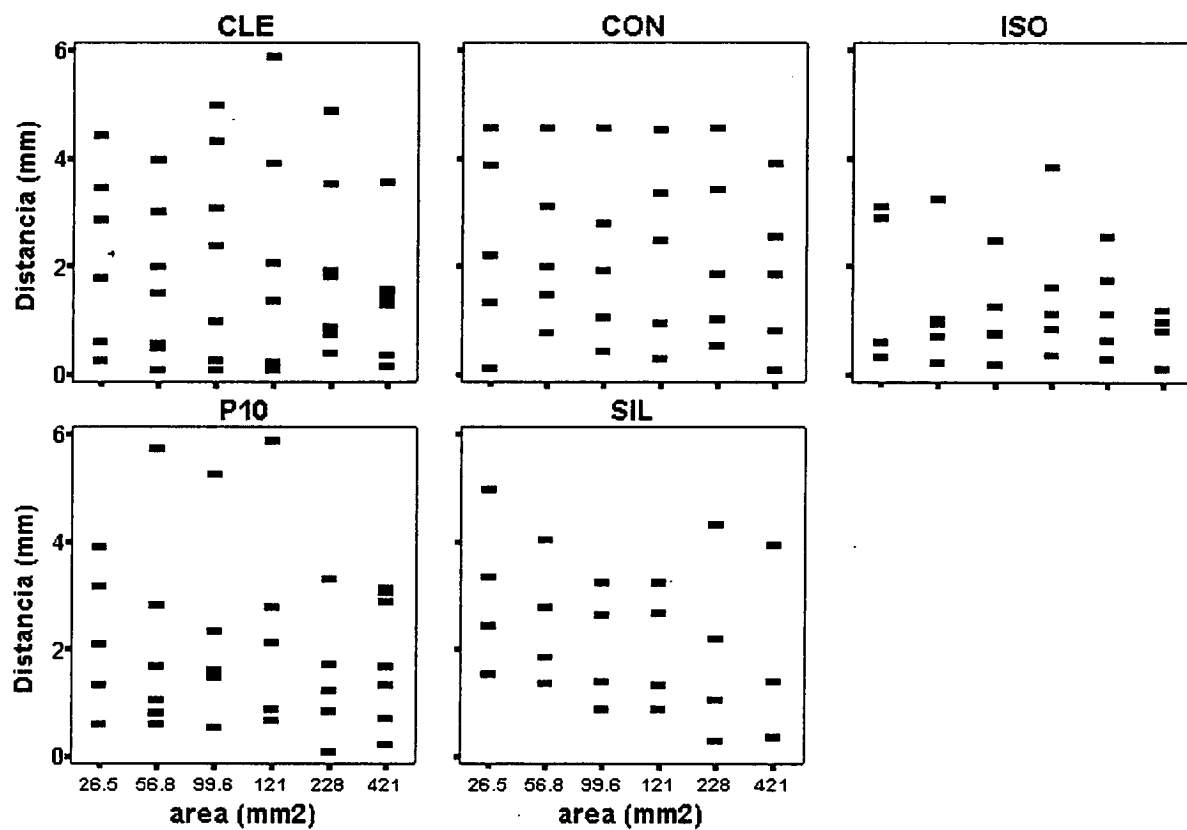


Fig. 3: area de los portamuestras (mm²) y distancias (mm) utilizados en los materiales autopolimerizables de restauración

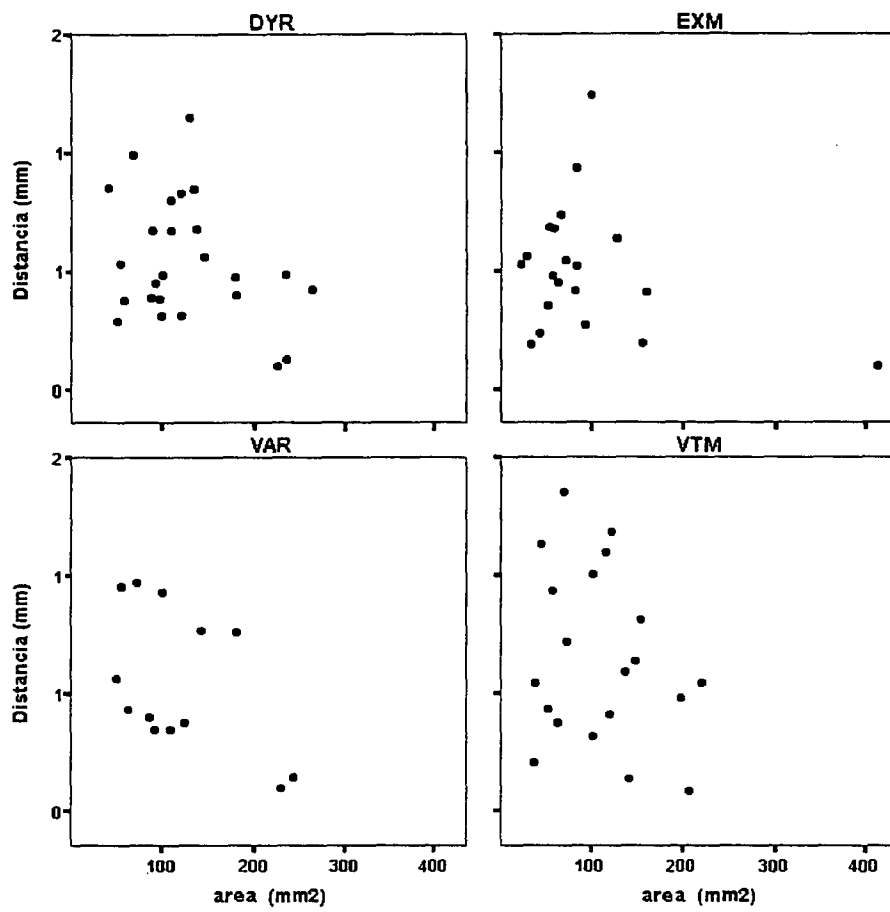


Fig. 4: area de los portamuestras (mm²) y distancias (mm) utilizados en los materiales autopolimerizables de cemento

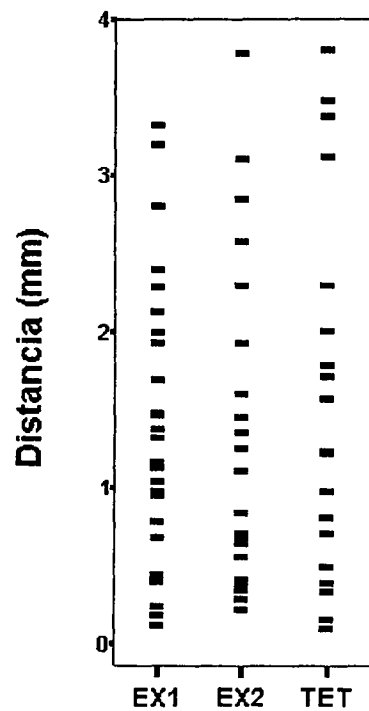


Fig. 5: distancias (mm) a las que se colocaron los portamuestras en los materiales fotopolimerizables

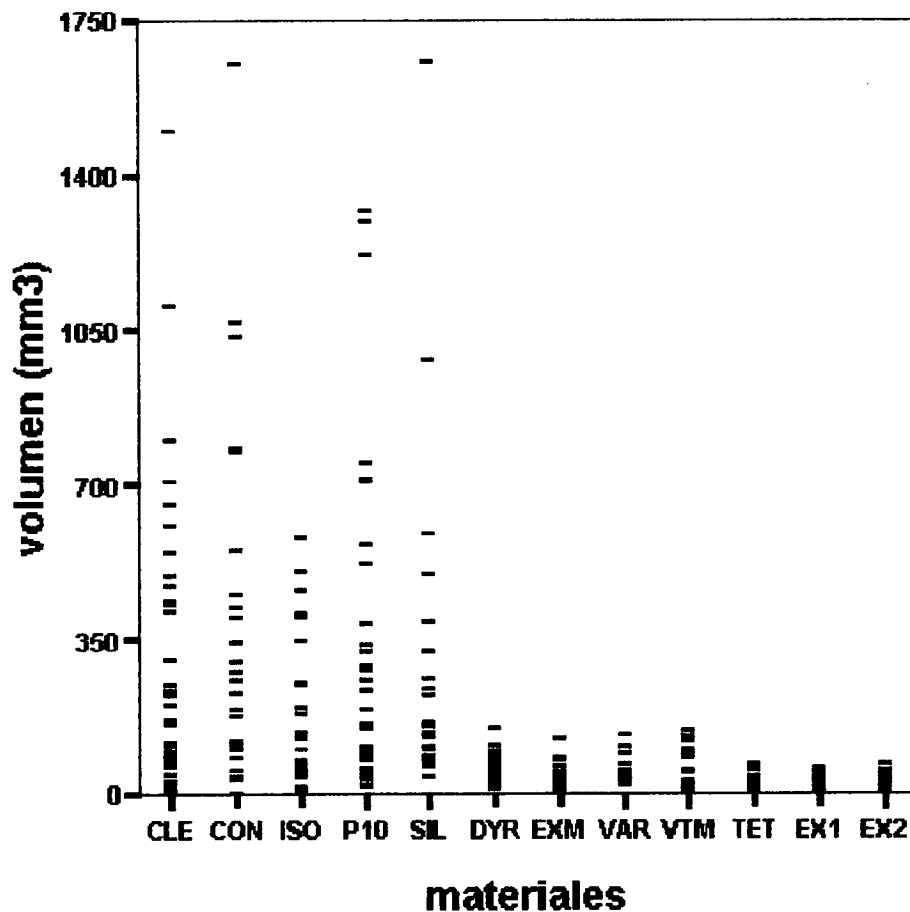


Fig. 6: Volúmenes estudiados (mm^3), por materiales

El estudio de la influencia del volumen en el estrés que se produce por la contracción de polimerización de los materiales resultaba para nosotros muy importante por el hecho de que en la literatura sobre el tema existe cierta controversia. Mientras que para autores como Feilzer y cols.⁵⁴ el volumen no influye, y el estrés sólo depende de la configuración de la cavidad, otros sí contemplan el volumen como tal. Por ejemplo, Hansen y Asmussen¹⁰⁰ realizaron un trabajo en el que estudiaban la correlación entre el *gap* o separación marginal y diferentes combinaciones de una o más de las siguientes variables: área de las paredes de la cavidad, área total del suelo de la cavidad y paredes cavitarias, profundidad de la cavidad, área de la superficie de la cavidad y volumen cavitario. Encontraron que la mejor correlación la daba la relación volumen/área de las pa-

redes de la cavidad, de manera que cuanto menor fuese este cociente, menor sería el *gap* marginal y por tanto mejor desde el punto de vista clínico.

En realidad, cuando estudiamos una restauración con su superficie libre y su superficie adherida de alguna manera estamos contemplando el volumen, ya que superficies libres y adheridas pequeñas responden a volúmenes pequeños y si son grandes suponen volúmenes de material grandes. Lo que ocurre, tal y como demostramos con nuestro trabajo piloto ⁷⁸ es que, si estudiamos estas superficies mediante el factor de configuración, nos encontramos que, cuando el sistema es deformable, iguales factores de configuración no responden a iguales volúmenes ni a iguales tensiones. Este hecho es el que nos llevó a sospechar que el volumen como tal tenía influencia en las tensiones que se generaban durante la polimerización.

Nuestros resultados, después de estudiar volúmenes de material muy dispares, confirman esta hipótesis, y atribuyen al volumen una gran influencia en las tensiones experimentales registradas.

Las muestras perdidas

De las 300 muestras realizadas cinco no han llegado a concluir el experimento en todos los casos por fallo adhesivo. De ellas tres eran de P10 y dos de Vitremer LC.

Las características de estas muestras fueron, en el P10:

-muestra realizada con los portamuestras de diámetro 8.5 mm (los segundos más pequeños) colocados a una distancia de 1.69 mm lo que supone un volumen de material empleado de 96 mm³. Falló cuando la lectura de fuerza de la máquina de presión-tracción era de 17.75 N.

-diámetro 23.14 mm (el mayor de los empleados), distancia 3.09 mm, volumen 1301 mm³, fallo a los 39.75 N.

- diámetro 23.14 mm (el mayor de los empleados), distancia 3.14 mm, volumen 1322 mm³, fallo a los 43.75 N.

Y para el Vitremer LC:

-área 59,61 mm², distancia 0.935, volumen 56 mm³, fallo a los 21.75 N.

-área 46.659 mm², distancia 1.135, volumen 53 mm³, fallo a los 21.5 N.

Los motivos de los fallos de estas muestras han podido ser muy diversos. El más probable, en el caso de la primera muestra de P10 y en las dos de Vitremer LC, en las

que no se alcanzan registros de fuerzas muy altos, es un defecto en la unión micromecánica entre el material y los portamuestras, lo que no ha permitido una adecuada interfase. En el caso de las otras dos muestras, cuyos registros de fuerzas son de los más elevados de todo el estudio, el motivo del fallo ha podido estar en que estos valores estén próximos a los límites de resistencia que la unión micromecánica a los portamuestras permitía.

Otros trabajos mejoran la unión entre los portamuestras y el material mediante silanización^{27,54} o mediante arenado y silanizado^{91,92,93}. Nosotros no lo hemos hecho y quizás con ello habríamos evitado el despegamiento de alguna de estas cinco muestras.

Sin embargo como el número de muestras perdidas en comparación con el número total es muy bajo, podemos afirmar que el método de unión empleado en el estudio, el de la microrretención, es adecuado para la metodología utilizada.

Además, aunque en el desarrollo de la fórmula experimental no hemos empleado estas muestras, en el trabajo de la cinética de polimerización en las fases iniciales sí las hemos podido utilizar porque todas ellas alcanzaban sobradamente el punto de inflexión.

El hallazgo, en este último trabajo, de la estrecha relación de la tensión máxima a la que se alcanza el punto de inflexión y la tensión máxima que se alcanza en el experimento, permite recuperar las muestra perdidas en los experimentos siempre que el fallo se produzca después del punto de inflexión. Si conseguimos que la muestra alcance este punto, aunque luego se despegue, vamos a ser capaces, mediante un sencillo cálculo matemático, de determinar la tensión que habría alcanzado de no haberse despegado, y de esta manera convertir una muestra que antes había que desechar en una muestra útil para los cálculos.

La fórmula experimental

La fórmula experimental que proponemos para calcular las tensiones que se generan durante la polimerización de materiales de resina compuesta colocados en cavidades adhesivas es:

$$T_{\max} = k * Vol^{-3.267} * SL^{3.283} * SA^{0.642} * Def^{0.561}$$

donde T_{\max} es la tensión máxima que se alcanza en el experimento para el tiempo prefijado, k es una constante que define las características ambientales y del material, Vol

es el volumen de material empleado, SL es la superficie libre o no adherida de la cavidad, SA es la superficie adherida de la cavidad y Def es la deformación que ha sufrido el sistema cuando se ha producido la lectura de tensión máxima del experimento.

Esta formulación, además de un cambio de mentalidad en la manera de investigar el comportamiento tensional de los materiales, supone un acercamiento numérico al problema a partir del resultado de nuestros ensayos, una vez comprobado que el clásico factor de configuración no se cumple en sistemas deformables. Este hecho ya había sido constatado por autores como Bouschlicher y cols.²⁷ y por investigadores del mismo grupo que definió el factor de configuración^{91,93} pero hasta ahora no se había propuesto ninguna alternativa al mismo.

Nuestra propuesta intenta incluir e interrelacionar todos los factores que creemos que intervienen en el problema ya que el hecho de contemplar sólo la superficie libre y adherida de la cavidad, como hacía hasta ahora el factor de configuración, deja fuera elementos como el volumen y las características del material, la elasticidad del entorno y los factores ambientales, que seguramente influyan de una manera decisiva .

La forma de interpretar a partir de nuestra formulación el peso de cada uno de estos factores en las tensiones finales que se registran es complicada, ya que todos ellos están interrelacionados, por lo que cuando por ejemplo queremos determinar la influencia del volumen no debemos fijarnos únicamente en su exponente, ya que la superficie libre y la adherida de alguna manera también informan de este factor.

Otras premisas a tener en cuenta a la hora de interpretar los resultados y de intentar trasladarlos a la realidad es en primer lugar, que en nuestro experimento ha utilizados cavidades cilíndricas simples, que son muy diferentes a las que nos encontramos en clínica, y en segundo lugar que con el método experimental empleado (el tensiómetro) sólo medimos la resultante unidireccional del estrés que se produce. Estos hechos suponen una limitación de nuestro estudio que deben hacernos ser muy cautos a la hora de trasladar los datos a la realidad.

Por último, debemos recordar que la predicción se ha elaborado a partir de los datos obtenidos de las muestras realizadas con materiales quimiopolimerizables, por lo que necesitaría ser verificada con la inclusión de fotopolimerizables para determinar si existe algún tipo de diferencia o si el comportamiento tensional final de ambos es semejante.

El ritmo de aparición de las tensiones

El último aspecto que hemos querido estudiar de la contracción de polimerización es el de la manera en que se generan las tensiones en las fases iniciales.

Para ello hemos desarrollado un método que cuantifica el ritmo de aparición de tensiones mediante un punto, crucial en esta fase, que hemos denominado punto de inflexión. Este método utiliza la pendiente que se forma entre el momento de inicio de las tensiones y el punto de inflexión, y tiene en cuenta factores como las características de la cavidad, en lo que se refiere a su geometría y a la capacidad de deformación de sus paredes, y la temperatura, cuya influencia en la dinámica de las reacciones de polimerización es por todos conocida.

Otros autores ya han estudiado la velocidad de polimerización utilizando la pendiente de la porción inicial de la curva tiempo-tensión, pero, a diferencia de nosotros, marcaban los puntos que definían esta pendiente de manera arbitraria. Así Boushlicher y cols.²⁷ estudiaban la pendiente de la curva en los 10 primeros segundos, y Alster y cols.⁵⁶ en el primer minuto.

Venhoven y cols.⁵³ estudia la velocidad inicial calculando el grado de conversión en los diferentes momentos e identificando el punto de máxima velocidad de polimerización a partir de ella. Su método, válido desde nuestro punto de vista, obtiene los resultados a partir de los datos de contracción volumétrica que le proporciona el linómetro con cálculos algo complejos.

La metodología que más se aproxima a la nuestra es la de Verluis y cols.³¹ que representa gráficamente la velocidad de aparición de tensiones (Mpa/s) respecto al tiempo (s) y estudia el valor máximo obtenido.

Nuestro método tiene como ventajas que, en primer lugar, permite determinar el momento de máxima velocidad de generación de tensiones (el punto de inflexión) directamente de las gráficas de tiempo-tensión, en segundo lugar, no requiere que las muestras se hagan en las mismas condiciones porque es capaz de uniformizarlas incluyendo en el estudio factores cavitarios y ambientales y, por último, aunque necesita que se posean unas nociones matemáticas básicas, no resulta excesivamente complicado.

CONCLUSIONES

Las conclusiones de esta Tesis Doctoral son:

En su apartado **“Estudio de la porosidad de los materiales a base de resina”**:

- 1- Hemos detectado poros en todos los materiales estudiados.
- 2- Estos poros se distribuyen de una manera uniforme en la masa del material.
- 3- La mayoría de los poros que hemos encontrado son de tamaño pequeño (< 20 μm).
- 4- De las resinas compuestas para restauración analizadas, Clearfil ha resultado ser la que presenta mayor número, área (mm^2) y volumen (mm^3) de poros por mm^3 de material estudiado.

Y en su apartado **“Estudio de las tensiones que se generan durante la polimerización de los materiales de resina compuesta”**:

5- Según nuestros resultados, en sistemas deformables, el factor de configuración (C) no es un buen predictor del comportamiento tensional de los materiales durante su polimerización.

6- Este comportamiento depende, en las muestras estudiadas, de las características y volumen del material, de la geometría cavitaria -definida por las superficies libre y adherida- y de la deformación de las paredes de la cavidad, siguiendo la fórmula matemática:

$$T_{\max} = k * \text{Vol}^{-3.267} * \text{SL}^{3.283} * \text{SA}^{0.642} * \text{Def}^{0.561}$$

donde T_{\max} es la máxima tensión registrada (N/mm^2), k es una constante que define las características del material, Vol es el volumen (mm^3) de material empleado, SL es la superficie libre de la cavidad (mm^2), SA es la superficie adherida (mm^2) y Def es la deformación sufrida por el sistema (mm) para la tensión máxima registrada.

7- El desarrollo de las tensiones en la fase inicial de la polimerización de los materiales a base de resina sigue una curva característica en forma de S que se inicia en el

punto de gel o de inicio de las tensiones. Este punto se continúa con una fase de generación rápida de tensiones hasta que se alcanza un punto, que hemos definido y denominado punto de inflexión, a partir del cual el ritmo de generación de tensiones comienza a decelerarse poco a poco hasta casi estabilizarse en la fase final del ensayo.

8- El punto de inflexión es un punto que es capaz de predecir la tensión que el material va a generar en la prueba de una manera muy precisa y nos va a permitir el estudio de la velocidad de generación de tensiones en diferentes materiales.

9- Hemos encontrado diferencias estadísticamente significativas en la velocidad de generación de tensiones de los diferentes grupos de materiales estudiados, siendo los materiales fotopolimerizables los que, en la fase inicial de polimerización, contraen de una manera más rápida. Por lo que respecta a los dos grupos de materiales quimiopolimerizables, los de cementado presentan una velocidad mayor que los restauradores.

BIBLIOGRAFÍA

¹ FERRACANE JL. Status of research on new fillers and new resins for dental composites. *Advanced Adhesive Dentistry*. 3^{er} International Kuraray Symposium. Granada. pp3-29. 1999.

² BURDAIRON G. *Manual de Biomateriales dentarios*. Ed. Masson. 1991.

³ TAYLOR DF, KALACHANDRA S, SANKARAPANDIAN M, McGRATH JE. Relationship between filler and matrix resin characteristics and the properties of uncured composite pastes. *Biomaterials*. 19:197-204. 1998.

⁴ ROTH F. *Los composites*. Ed. Masson. 1993.

⁵ INOKOSHI S, WILLEMS G, VAN MEERBEEK B, LAMBRECHTS P, BRAEM M, VANHERLE G. Dual-cure luting composites. Part I: filler particle distribution. *J Oral Rehab*. 20:133-146. 1993.

⁶ MACORRA GARCÍA JC. La contracción de polimerización de los materiales restauradores a base de resinas compuestas. *Odont Cons*. 2(1):24-35. 1999.

⁷ DAVIDSON CL, FEILZER AJ. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. *J Dent*. 25:435-440. 1997.

⁸ MOSZNER N. Radical polymerization: volume shrinkage, shrinkage stress and new monomers. Scientific service and professional service meeting. Malbun. 28-30 Junio. 1999.

⁹ DE GEE AJ, DAVIDSON CL, SMITH A. A modified dilatometer for continuous recording of volumetric polymerization shrinkage of composite restorative materials. *J Dent*. 9(1):36-42. 1981.

¹⁰ FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Curing contraction of composites and glass-ionomer cements. *J Pros Dent*. 59(3):297-300. 1988.

¹¹ LAI JH, JOHNSON AE. Measuring polymerization shrinkage of photo-activated restorative materials by a water filled dilatometer. *Dent Mater*. 9:139-143. 1993.

-
- ¹² PUCKETT AD, SMITH R. Method to measure the polymerization shrinkage of light-cured composites. *J Pros Dent.* 68:56-58.1992.
- ¹³ TOLIDIS K, NOBECOURT A, RANDALL RC. Effect of a resin-modified glass ionomer liner on volumetric polymerization shrinkage of various composites. *Dent Mater.* 14:417-423. 1998.
- ¹⁴ COOK WD, FORREST M, GOODWIN AA. A simple method for the measurement of polymerization shrinkage in dental composites. *Dent Mater.* 15:447-449. 1999.
- ¹⁵ VEGA DEL BARRIO JM. *Materiales en Odontología. Fundamentos biológicos, clínicos, biofísicos y físico-mecánicos.* Ed. Avances. Madrid. 1996.
- ¹⁶ CALDERÓN GARCÍA J. Descripción de las resinas compuestas. En: "Patología y Terapéutica Dental" de García Barbero J. Ed Síntesis. p. 424-425. 1997.
- ¹⁷ RAZAK AAA, HARRISON A. The effect of filler content and processing variables on dimensional accuracy of experimental composite inlay material. *J Pros Dent.* 77:353-358. 1997.
- ¹⁸ SAKAGUCHI RL, PETERS MCRB, NELSON SR, DOUGLAS WH, POORT HW. Effects of polymerization contraction in composite restorations. *J Dent.* 20(3):178-182.1992.
- ¹⁹ JACOBSEN PH, REES JS. Luting agents for ceramic and polymeric inlays and onlays. *Int Dent J.* 42:145-149. 1992.
- ²⁰ DAVIDSON CL. Resisting the curing contraction with the adhesive composites. *J Pros Dent.* 55(4):446-447. 1986.
- ²¹ CHUNG KH. The relationship between composition and properties of posterior resin composites. *J Dent Res.* 69(3):852-856. 1990.
- ²² REES JS, JACOBSEN PH. Stresses generated by luting resins during cementation of composites and ceramic inlays. *J Oral Rehab.* 19:115-122. 1992.
- ²³ CONDON JR, FERRACANE JL. Reduction of composite contraction stress through non-bonded microfillers particles. *Dent Mater.* 14:256-260. 1998.
- ²⁴ DAUVILLIER BS, FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Visco-elastic parameters of dental restorative materials during setting. *J Dent Res.* 79(3):818-823.2000.

-
- ²⁵ MEREDITH N, SETCHELL DJ. In vitro measurement of cuspal strain and displacement in composite restored teeth. *J Dent.* 25:331-337. 1997.
- ²⁶ FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Quantitative determination of stress reduction by flow in composite restorations. *Dent Mater.* 6:167-171. 1990.
- ²⁷ BOUSCHLICHER MR, VARGAS MA, BOYER DB. Effect of composite type, light intensity, configuration factor and laser polymerization on polymerization contraction stress. *Am J Dent.* 10:88-96. 1997.
- ²⁸ VERLUIJS A. Evaluation of polymerization vectors and F.E.A. models. *Advanced Adhesive Dentistry. 3^{er} International Kuraray Symposium. Granada.* pp31-37. 1999.
- ²⁹ WATTS DC, MAROUF AS. Optimal specimen geometry in bonded-disk shrinkage-strain measurements on light-cured biomaterials. *Dent Mater.* 16:447-451. 2000.
- ³⁰ DAVIDSON CL, DE GEE AJ. Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. *J Dent Res.* 63(2):146-148. 1984.
- ³¹ VERLUIJS A, SAKAGUCHI RL, DOUGLAS WH. Stress development in composite resins during polymerization. *J Dent Res.* 73:226. Abstr. No. 1000. 1994.
- ³² WATTS DC, CASH AJ. Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light-cured materials: methods development. *Dent Mater.* 7:281-287. 1991.
- ³³ UNTERBRINK G. Comunicación personal. 1997.
- ³⁴ KINOMOTO Y, TORII M, TAKESHIGE F, EBISU S. Comparison of polymerization contraction stress between self and light-curing composites. *J Dent.* 27:383-389. 1999.
- ³⁵ VERLUIJS A, TANTBIROJN D, DOUGLAS WH. Do dental composites shrink toward the light?. *J Dent Res.* 77(6):1435-1445. 1998.
- ³⁶ KINOMOTO Y, TORII M. Photoelastic analysis of polymerization contraction stresses in resin composite restorations. *J Dent.* 26:165-171. 1998.
- ³⁷ SULIMAN AA, BOYER DB, LAKES RS. Cusp movement in premolars resulting from composite polymerization shrinkage. *Dent Mater.* 9:6-10. 1993.

-
- ³⁸ ERICSON D, PAULSSON L, SOWIAK H, DÉRAND T. Reduction of cusp deflection resulting from composite polymerization shrinkage, using a light-transmitting cone. *Scand J Dent Res.* 102:244-248. 1994.
- ³⁹ DE HARO GASQUET F, GONZALEZ LÓPEZ S, VILCHEZ DIAZ MA, BRIONES LUJAN M. Influencia de la contracción de polimerización sobre la flexión cuspea. Comunicación personal. 1999.
- ⁴⁰ MARTÍN N, JEDYNAKIEWICZ NM, WILLIAMS DF. Cuspal deflection during polymerisation of composite lutes of ceramic inlays. *J Dent.* 27:29-36. 1999.
- ⁴¹ SULIMAN A, BOYER DB, LAKES RS. Polymerization shrinkage of composite resins: comparison with tooth deformation. *J Pros Dent.* 71:7-12. 1994.
- ⁴² FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res.* 69(1):36-39. 1990
- ⁴³ HANSEN EK. Visible light-cured composite resins: polymerization contraction, contraction pattern and hygroscopic expansion. *Scand J Dent Res.* 90:329-335. 1982.
- ⁴⁴ TORSTENSON B, BRÄNNSTRÖM M. Contraction gap under composite resin restorations: affect of hygroscopic expansion and thermal stress. *Op Dent.* 13:24-31. 1988.
- ⁴⁵ MARTÍN N, JEDYNAKIEWICZ N. Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials.* 19:77-83. 1998.
- ⁴⁶ MOMOI Y, McCABE JF. Hygroscopic expansion of resin based composites during 6 months of water storage. *Br Dent J.* 176:91-96. 1994.
- ⁴⁷ SEGURA A, DONLY KJ. In vitro posterior composite polymerization recovery following hygroscopic expansion. *J Oral Rehab.* 20:495-499. 1993.
- ⁴⁸ HANSEN EK, ASMUSSEN E. Marginal adaptation of posterior resins: effect of dentin-bonding agent and hygroscopic expansion. *Dent Mater.* 5:122-126. 1989.
- ⁴⁹ FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Setting stresses in composites for two different curing modes. *Dent Mater.* 9:2-5. 1993.
- ⁵⁰ CONDON JR, FERRACANE JL. Polymerization contraction stress of commercial composites. *J Dent Res.* 77:639. Abstr No 59. 1998.

⁵¹ BRAEM, M, LAMBRECHTS P, VANHERLE G, DAVIDSON CL. Stiffness increase during the setting of dental composite resins. *J Dent Res.* 66(12):1713-1716. 1987.

⁵² KEMP-SCHOLTE CM, DAVIDSON CL. Complete marginal seal of class V resin composite restorations effected by increased flexibility. *J Dent Res.* 69 (6):1240-1243. 1990.

⁵³ VENHOVEN BAM, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Light initiation of dental resins: dynamics of the polymerization. *Biomaterials.* 17:2313-2318. 1996.

⁵⁴ FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res.* 66:1636-1639. 1987.

⁵⁵ OGDEN AR. Porosity in composite resin – an Achilles' hell?. *J Dent.* 13:331-340. 1985.

⁵⁶ ALSTER D, FEILZER AJ, DE GEE AJ, MOL A, DAVIDSON CL. The dependence of shrinkage stress reduction on porosity concentration in thin resin layers. *J Dent Res.* 71(9):1619-1622. 1992.

⁵⁷ DIETSCHI D, MAGNE P, HOLZ J. An in vitro study of parameters related to marginal and internal seal of bonded restorations. *Quint Int* 24:281-291. 1993.

⁵⁸ DAVIDSON CL, DAVIDSON-KABAN S. Handling of mechanical stresses in composite restorations. *Dent Update.* 25:274-279. 1998.

⁵⁹ FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Increased wall-to-wall curing contraction in thin bonded resin layers. *J Dent Res.* 68(1):48-50. 1989.

⁶⁰ RUYTER IE. Unpolymerized surface layers on sealants. *Acta Odont Scand.* 39:27-32. 1981.

⁶¹ LEKKA M, PAPAGIANNOULIS L, ELIADES G. Porosity of pit and fissure sealants. *J Oral Rehab.* 18:213-220. 1991.

⁶² ZUELLING-SINGER R, KREJCI I, LUTZ F. Effect of cement-curing modes on dentin bonding of inlays. *J Dent Res.* 71(11):1842-1846. 1992.

⁶³ REINHARDT JW, DENEHY GE, JORDAN RD, RITTMAN BR. Porosity in composite resin restorations. *Op Dent.* 7:82-85. 1982.

-
- ⁶⁴ IRONSIDE JG, MAKINSON OF. Resin restorations. Causes of porosity. *Quint Int.* 24:867-873. 1993.
- ⁶⁵ McCABE JF, OGDEN AR. The relationship between porosity, compressive fatigue limit and wear in composite resin restorative materials. *Dent Mater.* 3:9-12. 1987.
- ⁶⁶ JÖRGENSEN KD, HISAMITSU H. Porosity in microfill restorative composites cured by visible light. *Scand J Dent Res.* 91:396-405. 1983.
- ⁶⁷ GOTFREDSEN P, HÖRSTED P, KRAGSTRUP J. Porosity of restorative resins. *Scand J dent Res.* 91:312-315. 1983.
- ⁶⁸ ASMUSSEN E. Penetration of restorative resins into acid etched enamel II. Dissolution of entrapped air in restorative resin monomers. *Acta Odont Scand.* 35:183-191. 1977.
- ⁶⁹ HANSEN EK. Marginal porosity in light activated composites in relation to use of intermediate low-viscous resin. *Scand J Dent Res.* 92:148-155. 1984.
- ⁷⁰ FISCHER HF, CRUICKSHANKS-BOYD DW, DAVIES EH. Setting characteristics and porosity of a composite resin. *Quint Int.* 12:1345-1351. 1982.
- ⁷¹ OPDAM NJM, ROETERS JJM, PETRES TCRB, BURGERSDIJK RCW, TEUNIS M. Cavity wall adaptation and voids in adhesive class I resin composite restorations. *Dent Mater.* 12:230-235. 1996.
- ⁷² MEDLOCK JW, ZINCK JH, NORLING BK, SISCA RF. Composite resin porosity with hand and syringe insertion. *J Pros Dent.* 54(1):47-51. 1985.
- ⁷³ GJERDET NR, HEGDAHL T. Porosity of resin filling materials. *Acta Odont Scand.* 36:303-307. 1978.
- ⁷⁴ MENTINK AGB, MEEUWISSEN R, HOPPENBROUWERS PPM, KÄYSER AF, MULDER J. Porosity in resin composite core restorations: the effect of manipulative techniques. *Quint Int.* 26:811-815. 1995.
- ⁷⁵ JORGENSEN KD. Restoratives resins: abrasion vs. mechanical properties. *Scand J Dent Res.* 88:557-568. 1980.

-
- ⁷⁶ DAVIDSON CL, DE GEE AJ, FEILZER A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res.* 63(12):1396-1399. 1984.
- ⁷⁷ KEMP-SCHOLTE CM, DAVIDSON CL, FEILZER AJ, DE GEE AJ. Marginal sealing in relation to curing contraction. *J Dent Res.* 66:269. Abstr No 1300. 1987.
- ⁷⁸ MIGUEL A, de la MACORRA JC. Estrés de contracción debido a diferentes factores de configuración. Un modelo experimental. Comunicación al V Congreso SEOC. Sevilla 1996.
- ⁷⁹ MITCHELL CA, DOUGLAS WH. Comparison of the porosity of hand-mixed and capsulated glass-ionomer luting cements. *Biomaterials.* 18:1127-1131. 1997.
- ⁸⁰ DAVIDSON CL, VAN ZEGHBROECK L, FEILZER AJ. Destructive stresses in adhesive luting cements. *J Dent Res.* 70(5):880-882. 1991.
- ⁸¹ DEL RÍO J, MARTÍNEZ VÁZQUEZ JA, HOLGADO F, CAÑADA L, CARDONA C. Solubilidad de tres cementos en la cavidad oral. *Av Odontost.* 13(3):199-204. 1997.
- ⁸² PENN RW. A recording dilatometer for measuring polymerization shrinkage. *Dent Mater.* 2:78-79. 1986.
- ⁸³ HAY JN, SHORTALL AC. Polymerization contraction and reaction kinetics of three chemically activated restorative resins. *J Dent.* 16:172-176. 1988.
- ⁸⁴ REES JS, JACOBSEN PH. The polymerization shrinkage of composite resins. *Dent Mater.* 5:41-44. 1989.
- ⁸⁵ DE GEE AJ, FEILZER AJ, DAVIDSON CL. True linear polymerization shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer. *Dent Mater.* 9:11-14. 1993.
- ⁸⁶ KLARE M, VOGEL K, SALZ U. Comparison of three different polymerization shrinkage measurement methods. *IADR. Varsaw (Poland).* Abst. No. 120. 2000.
- ⁸⁷ WATTS DC, CASH AJ. Kinetics of rigid polymerization contraction in visible light activated restoratives. *J Dent Res.* 67:224. Abstr. No. 895. 1988.
- ⁸⁸ WALLS AWG, McCABE JF, MURRIA JJ. The polymerization contraction of visible-light activated composite resins. *J Dent.* 16:177-181. 1988.

⁸⁹ SAKAGUCHI RL, VERLUIJS A, DOUGLAS WH. Analysis of strain gage method for measurement of post-gel shrinkage in resin composites. *Dent Mater.* 13:233-239. 1997.

⁹⁰ BAUSCH JR, DE LANGE K, DAVIDSON CL, PETERS A, DE GEE AJ. Clinical significance of polymerization shrinkage of composite resins. *J Pros Dent.* 48(1):59-67. 1982.

⁹¹ ALSTER D. Dental resin joints. Stress and strength. PhD thesis. Amsterdam. 1996.

⁹² ALSTER D, FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Tensile strength of thin resin composite layers as a function of layer thickness. *J Dent Res.* 74(11):1745-1748. 1995.

⁹³ ALSTER D, FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Polymerization contraction stress in thin resin composite layers as a function of layers thickness. *Dent Mater.* 13:146-150. 1997.

⁹⁴ DAVIDSON CL. Bases de ionómero de vidrio bajo composites posteriores. *J Est Dent.* 5(4):17-21. 1995.

⁹⁵ SANO H, TAKATSU T, CIUCCHI B, RUSSELL CM, PASHLEY DH. Tensile properties of resin-infiltrated desmineralized human dentin. *J Dent Res.* 74(4):1093-1102. 1995.

⁹⁶ XU HHK, SMITH DT, JAHANMIR S, ROMBERG E, KELLY JR, THOMPSON VP, REKOW ED. Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. *J Dent Res.* 77(3):472-480. 1998.

⁹⁷ KINNEY JH, BALOOCH M, MARSHALL SJ, MARSHALL JR, WEIHS TP. Hardness and Young's modulus of human peritubular dentine. *Arch Oral Biol.* 41(1):9-13. 1996.

⁹⁸ MEREDITH N, SHERIFF M, SETCHELL DJ, SWANSON SAV. Measurement of microhardness and Young's modulus of human enamel and dentine using an indentation technique. *Arch Oral Biol.* 41(6):539-545. 1996.

⁹⁹ DE LA MACORRA JC, GOMEZ FERNANDEZ S. Quantification of the configuration factor in Class I and II cavities and simulated cervical erosion. Eur J Pros Res Den. 4(1):29-33. 1996.

¹⁰⁰ HANSEN EK, ASMUSSEN E. Cavity preparation for restorative resins used with dentin adhesives. Scand J Dent Res. 93:474-479. 1985.



