

## Podziękowania

Praca finansowana w ramach badań statutowych Śląskiego Uniwersytetu Medycznego (nr umowy: KNW-1-034/09) oraz projektu MEMSTENT (Grant Nr: UDA-POIG.01.03.01-00-123/08-03).

ing applications will require surface modifications such as chemical treatment with NaOH, causing creation of polar oxygenated functional groups. Such modifications allowed to achieve better adhesion and viability of cells [6].

## Acknowledgement

This work was financially supported by Medical University of Silesia, Grant No: KNW-1-034/09 and project MEMSTENT (Grant No: UDA-POIG.01.03.01-00-123/08-03).

## Piśmiennictwo

- [1] Kasperczyk J., Stokłosa K., Trzepietowska-Stępień K., Wilczok A., Dobrzyński P., Bero M., Sokół M., Przybyszewski W., Jurkowski M.: *Chemik* 2, 95 (2006).  
 [2] Athanasiou K.A., Niederauer G.G., Agrawal C.M.: *Biomaterials*, 17, 93 (1996).  
 [3] Di Toro R., Betti V., Spampinato S.: *Eur. J. Pharm. Sci.*, 21, 161 (2004).

## References

- [4] Czajkowska B., Dobrzyński P., Bero M.: *J. Biomed. Mater. Res. A.*, 74, 591 (2005).  
 [5] Pamula E., Dobrzyński P., Szot B., Kretek M., Krawciow J., Plytycz B., Chadzińska M.: *J. Biomed. Mater. Res. A.*, 87, 524 (2008).  
 [6] Pamula E., Scisłowska-Czarnecka A., Szlek A., Chadzińska M., Dobrzyński P., Plytycz B.: *Eng. Biomater.*, 58–60, 24 (2006).

## BADANIA ZMĘCZENIA CIEPLNEGO STOMATOLOGICZNYCH WYPEŁNIEŃ KOMPOZYTOWYCH

KRZYSZTOF PAŁKA<sup>1\*</sup>, AGATA NIEWCZAS<sup>2</sup>

<sup>1</sup> POLITECHNIKA LUBELSKA, KATEDRA INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ, UL. NADBYSTRZYCKA 36, 20-608 LUBLIN, POLSKA

<sup>2</sup> UNIWERSYTET MEDYCZNY W LUBLINIE, KATEDRA I ZAKŁAD STOMATOLOGII ZACHOWAWCZEJ, UL. KARMEŁICKA 7, 20-081 LUBLIN, POLSKA

\* E-MAIL: K.PALKA@POLLUB.PL

### Streszczenie

W pracy przedstawiono przegląd literatury dotyczący zmęczenia cieplnego zębów, jako podstawę do opracowania koncepcji badań. Na bazie analizy temperatur mierzonych w jamie ustnej oraz czasu ich oddziaływania na zęby opracowano warunki pracy stanowiska badawczego. W wyniku realizacji projektu zbudowano stanowisko oraz wykonano badania testowe. Przedstawiono zmiany temperatury wody w naczynku pomiarowym oraz w zębie, w którym umieszczono termoparę. Ponadto przedstawiono wyniki wstępnych badań zmęczenia cieplnego zębów z wypełnieniami.

**Słowa kluczowe:** zmęczenie cieplne, materiały kompozytowe, szczelina brzeżna

[*Inżynieria Biomateriałów, 96-98, (2010), 61-65*]

## THERMAL FATIGUE RESEARCH OF DENTAL RESTORATIONS

KRZYSZTOF PAŁKA<sup>1\*</sup>, AGATA NIEWCZAS<sup>2</sup>

<sup>1</sup>LUBLIN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, DEPARTMENT OF MATERIALS ENGINEERING 36 NADBYSTRZYCKA STREET 36, 20-608 LUBLIN, POLAND

<sup>2</sup>MEDICAL UNIVERSITY OF LUBLIN, DEPARTMENTS OF CONSERVATIVE DENTISTRY, 7 KARMEŁICKA STREET, 20-081 LUBLIN, POLAND

\* E-MAIL: K.PALKA@POLLUB.PL

### Summary

In this paper a short literature review of thermal fatigue as a basis for thermocycling research was presented. On the analysis the higher and the lower temperatures measured in oral cavity and time of their action the working conditions of the test stand were developed. To realize the project the test stand was constructed and tested to verify the parameters. Temperature changes in each cycle in the test cell and in tooth equipped with thermocouple were presented. Moreover preliminary results of thermocycling there were presented.

**Keywords:** thermocycling, dental restoration, microleakage

[*Engineering of Biomaterials, 96-98, (2010), 61-65*]

Zęby narażone są na duże zmiany temperatury w czasie przyjmowania posiłków. Dania gorące serwowane są w temperaturze ok. 85°C, natomiast temperatura lodów wynosi nawet -12°C, stąd zakres temperatur wynosi 80÷90°C [1]. Temperatura zarejestrowana w szkliwie wykazuje spadek do 16°C w przypadku zimnych posiłków oraz wzrost do 48°C w przypadku posiłków gorących czy napojów [2]. Tak duże różnice temperatur mogą prowadzić do powstawania zmian w strukturze zęba poprzez różną rozszerzalność cieplną szkliwa i zębiny. Zmiany temperatury w zębach wywołują więc naprężenia termiczne proporcjonalne do gradientu temperatury, a określona ilość tych zmian może doprowadzić do zniszczenia zęba [3].

Proces polimeryzacji powoduje powstawanie skurczu stomatologicznych materiałów kompozytowych, wywołując naprężenia przewyższające wytrzymałość systemu wiążącego lub nawet otaczających tkanek zęba, prowadząc do uszkodzenia połączenia adhezyjnego wypełnienie-ząb. Wartość skurczu (1,3÷3,22%) może wywołać naprężenia o wartości 4÷7 MPa [4], które mogą prowadzić do powstawania pęknięć w szkliwie, szczególnie w warunkach interakcji z naprężeniami cieplnymi. Skurcz polimeryzacyjny wywołuje powstawanie szczeliny brzeżnej pomiędzy wypełnieniem kompozytowym a ściankami zęba, co skutkuje mikroprzeciekaniem, nadwrażliwością i nawracającymi procesami próchnicznymi, szczególnie intensywnie w warunkach zmiennych temperatur. Ponadto powstawanie szczeliny brzeżnej może być spowodowane niedostatecznym zwilżeniem powierzchni ubytku przez materiał wypełnienia. Rozwój szczeliny brzeżnej oraz powstawanie nowych pęknięć w czasie użytkowania wypełnienia jest również wynikiem naprężeń cieplnych i mechanicznych [5].

Stosowane obecnie materiały stomatologiczne powinny wykazywać odporność na działanie środowiska jamy ustnej, włącznie ze zmianami temperatury. Szczególną uwagę przy opracowywaniu nowych materiałów należy zwrócić na zmniejszenie naprężeń kontaktowych, zwiększenie wytrzymałości oraz zbliżenie wartości rozszerzalności cieplnej do tkanek zęba. Mikroprzeciek i powstające szczeliny powodują nadwrażliwość i przebarwienia oraz niebezpieczeństwo próchnicy wtórnej, aż do wypadnięcia wypełnienia. Ocena właściwości termicznych materiałów wypełnień została poszerzona o testy zmęczenia cieplnego [6]. W warunkach laboratoryjnych zęby z wypełnieniami poddawane są oddziaływaniu cyklicznie zmiennej temperatury a ich szczelność brzeżna oceniana przy pomocy metody penetrantów, skaningowej mikroskopii elektronowej, izotopów radioaktywnych, bakterii a nawet sztucznie wywoływanej próchnicy [1]. Zmienne naprężenia termiczne symulują naprężenia występujące w warunkach rzeczywistych w strefie przejściowej między twardymi tkankami zęba a materiałem wypełnienia [7].

Celem niniejszej pracy było opracowanie założeń konstrukcyjnych stanowiska do badań zmęczenia cieplnego, określenie parametrów testu i wykonanie badań wstępnych.

## Założenia konstrukcyjne stanowiska

Określenie naprężeń cieplnych w obrębie wypełnienia wymaga rozważenia dużej liczby zmiennych, które mają wpływ na temperaturę zęba. Głównymi elementami wyrównywania temperatury w jamie ustnej są policzki, język i tkanki przyzębia. Zewnętrznym czynnikiem jest oddech, jednakże ma on słaby wpływ i to jedynie na zęby przednie. Głównym czynnikiem zmiany temperatury są pokarmy i napoje o zróżnicowanych temperaturach [1].

## Introduction

Teeth are subjected to significant temperature changes during intake of food of various temperatures. Hot food is served up to 85°C, and ice cream as low as -12°C so temperature has a range of 80÷90°C [1]. The temperatures recorded in the dental enamel show a drop of 16°C with cold foods, and an increase to 48°C with hot foods and drinks [2]. These temperature differences may create various modifications to the tooth structure due to the different thermal expansion of enamel and dentin. Temperature changes in tooth cause thermal stress, which is proportional to the temperature gradient. With sufficient repeated high or low thermal stress, the tooth structure may be damaged [3].

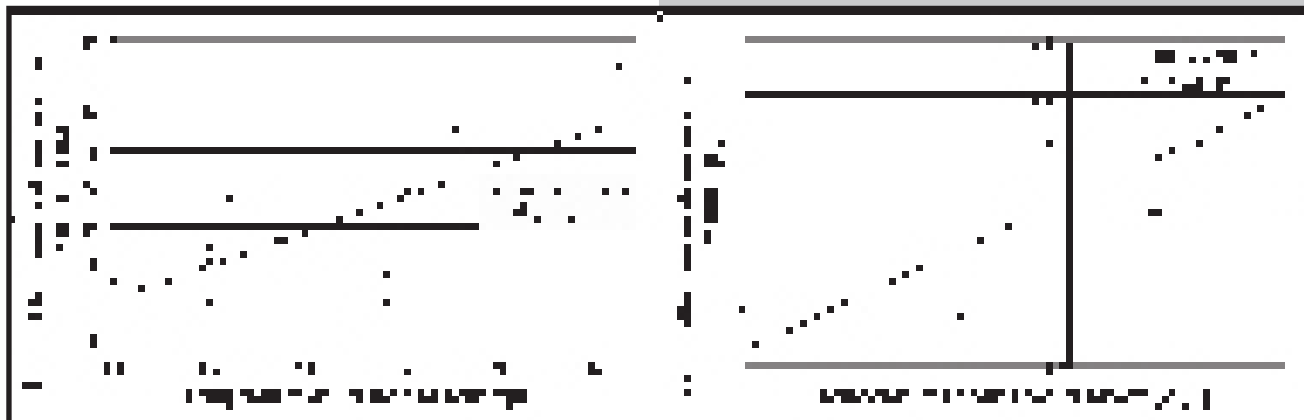
The polymerization process results in shrinkage or contraction of the composite, causing stresses that may exceed the strength of the bond with the surrounding tooth structure, with possible failure at the adhesive joint. The level of shrinkage (1.3÷3.22%) could generate contractile forces of 4.0 to 7.0 MPa [4], which may lead to cracking at the enamel margins, especially when synergetic interaction with thermal stresses occur. Polymerization shrinkage leads to gap formation between the composite restoration and the walls of the preparation at the weakest bond. Marginal breakdown may result in microleakage, postoperative sensitivity, and recurrent dental caries, more intense when thermocycled. In addition to polymerization shrinkage, gap formation at the tooth/restoration interface may be caused by inadequate wetting of the tooth surface by the restorative material along the preparation walls during placement. Furthermore, new marginal gaps may develop during the service life of the restoration as a result of thermally or mechanically induced stresses [5].

Materials which are used today as restorations must resist the surrounding influences in the oral cavity, including temperature changes. In developing new restorative materials, special attention is paid to reducing the setting contraction, increasing the strength, and closely adapting the thermal volume effect to that of the hard tooth structure. Microleakages and therefore leaking restoration margins can lead to sensitivity and discoloration, as well as to secondary cavities through bacterial penetration, pulpitis or the loss of fillings. The examination of restorative materials for thermal characteristics has developed into a generally acknowledged test procedure under the term "thermocycling" in dental research [6]. In laboratory conditions, restored teeth are thermally cyclic stressed, and their marginal quality/leakage is evaluated by dye penetration, scanning electron microscopy, radioactive isotopes, bacteria and even artificial caries [1]. The thermal alternating stress is to simulate in vitro the actual in vivo occurring stress at the interface between hard tooth structure and restoration material [7].

The main aim of this study was to develop a brief foredesign of thermocycling device, its working conditions and preliminary research of thermal fatigue of selected dental restorations.

## A brief foredesign of thermocycling test stand

In order to examine thermal stress in a restoration, it is essential to consider as many variables as possible which could influence the temperature of the teeth. The main sources equilibrating temperature in the mouth are cheek, tongue and the periodontal tissue surrounding the teeth. An external factor is breathing; however, this has only a slight effect, and mainly affects the front teeth of the upper jaw. The main factor that leads to a temperature change is intake of food and beverages of various temperatures [1].



**RYS. 1. Temperatury mierzone w jamie ustnej w funkcji temperatury posiłków (na podstawie [1]).**  
**FIG. 1. Temperatures of food or beverages and measured in oral cavity (based on work [1]).**

Jama ustna działa jak pewnego rodzaju wymiennik ciepła wyrównujący temperaturę, jednakże istnieje pewien czas, jaki jest potrzebny by odzyskać normalną temperaturę ciała. Na przykład spożywanie lodów powoduje obniżenie temperatury w jamie ustnej w czasie dłuższym, niż wynika to z ich konsumpcji. Normalna temperatura ciała zostanie odzyskana po pewnym czasie w wyniku krążenia krwi i oddychania. Maksymalne i minimalne temperatury, w funkcji temperatury posiłków, zarejestrowane w jamie ustnej zaprezentowano na RYS. 1 (na podstawie pracy [1]). W obydwu przypadkach temperatura mierzona ma wartość różną o ok. 10% od temperatury posiłku (o 10% wyższa w przypadku posiłku zimnego i 10% niższa w przypadku gorącego).

Ernst i in. mierzyli temperaturę w jamie ustnej u 15 osób w celu wyznaczenia temperatur in vivo w przestrzeniach międzyzębowych. W badaniach tych wyznaczono wartości temperatur oraz czas oddziaływania temperatury („zanurzenia” zębów), który wynosił ok. 35 sekund [6].

Gale i wsp. dokonali przeglądu 130 artykułów (z lat 1967-1998) dotyczących zmęczenia cieplnego zębów, statystyki opisywanych tam badań zebrano w TABELI 1.

Since the entire oral cavity functions like a heat exchanger, temperature peaks decay quickly, as can be seen in many temperature trends. There is, however, a latency period which is required by the oral cavity to reach its normal temperature again. For example, consuming ice cream over a certain period of time can result in short peaks and a drop of the oral temperature beyond the time it takes to consume the food. The original temperature will be restored only through circulation and breathing. Maximum and minimum temperatures measured in oral cavity (FIG. 1 - based on work [1]) show that in both cases the measured temperature differs about 10% from the temperature of consumed food; it was 10% lower in case of hot food whereas in the case of cold food the measured temperature was 10% higher.

Ernst et al. measured the temperature in the oral cavity of fifteen volunteers to determine the temperature created in the interproximal space of all teeth in vivo. This research showed the value of temperatures and the “dwell” times of teeth, which was about 35 seconds [6].

**TABELA 1. Warunki zmęczenia cieplnego – statystyki na podstawie pracy [4].**  
**TABLE 1. Thermal cycling conditions – statistics on the basis of [4].**

	dolna temp. low temp. [°C]	górną temp. high temp. [°C]	P;średnia temp. intermediate temp. [°C]	ilość cykli No of cycles	czas zanurzenia dwell time [s]
wartość minimalna min.value	0	40	32	1	4
ilość publikacji wskazujących wartość minimalną number of publications of „min. value”	3	1	1	3	10
wartość maksymalna max.value	36	100	37	1 000 000	1 200
ilość publikacji wskazujących wartość maksymalną number of publications of „max.value”	1	1	26	1	1
<b>wartość występująca naj- częściej most often value</b>	<b>5</b>	<b>55</b>	<b>37</b>	<b>500</b>	<b>30</b>
ilość publikacji wskazujących wartość występującą najczę- ściej number of publications of „most often value”	51	46	26	25	32

Były one podstawą opracowania parametrów pracy stanowiska badawczego. Dolna wartość temperatury (średnia) wynosiła 6,6°C (zakres 0÷36°C, mediana 5,0°C), natomiast górna wartość temperatury (średnia) wynosiła 55,5°C (zakres 40÷100°C, mediana 55°C). W większości cytowanych tam wyników badań stosowano tylko dwa poziomy temperatur, natomiast w 27 pracach wykorzystano również poziom pośredni o temperaturze 37°C. Ilość cykli była różna, wahała się w szerokich granicach od 1 do 1 000 000 cykli, średnia wynosiła 10 000 a mediana 500 cykli. Czas zanurzenia, jeśli był wykazywany, wynosił średnio 53 sekundy (mediana 30 s, zakres 4 s÷20 min). Niemal we wszystkich pracach pomijano uzasadnienie doboru temperatury i czasów cyklu.

Wartości występujące najczęściej w publikacjach to 5°C i 55°C, natomiast czas oddziaływania temperatury („zanurzenia”) wynosił ok. 30 sekund. Rejestracja temperatur in vivo wykazała, że temperatura na powierzchni zęba przewyższa 55°C [6]. Określona w badaniach klinicznych najniższa temperatura, występująca w jamie ustnej, wynosi ok. 10°C [6], jednakże zakres temperatur stosowany w badaniach materiałów wypełnień in vitro wydaje się przeciążać strefę przejściową wypełnienie-ząb, a z drugiej strony może być pożądany w sytuacjach potencjalnego niedociążenia.

## Stanowisko badawcze

Opracowane na podstawie przeglądu literatury warunki pracy stanowiska były podstawą konstrukcji stanowiska do badań zmęczenia cieplnego. Głównym założeniem była możliwość pracy ciągłej bez nadzoru przy założonych parametrach nastaw. Było to możliwe dzięki zastosowaniu programowalnego sterownika komputerowego Vision 280 (Unitronics) współpracującego z dwoma pompami perystaltycznymi (Autoclude) i dwoma termostatami (PolyScience) utrzymującymi zadaną temperaturę wody. Stanowisko wyposażone jest ponadto w czujniki temperatury (termopary typu K) oraz zawory zwrotne (Danfoss). Stanowisko umożliwia jednoczesne badanie ok. 10 zębów, zamocowanych w indywidualnych uchwytach częścią koronową do dołu i poddawane zmianom temperatury tylko w tej części (zgodnie z warunkami in vivo). Schemat stanowiska przedstawiono na RYS. 2.

Warunki pracy stanowiska ustawiono zgodnie z parametrami wynikającymi z przeglądu literatury: dolna temperatura 5°C, górna 55°C. W celu wyznaczenia charakteru zmian temperatury przygotowano ząb, do którego zamontowano termoparę typu K ok. 2 mm poniżej powierzchni żującej. Wyniki pomiarów temperatury wody i zęba zamieszczono na RYS. 3; wyniki te posłużyły do testowania stanowiska i weryfikacji parametrów czasowych. Na ich podstawie ustalono czas zanurzenia na 30 sekund przy czasie napełniania i opróżniania naczynka pomiarowego wynoszącym 8 sekund (każdy etap) z pauzą 0,5 sekundy.

## Badania zmęczenia cieplnego

Gale i wsp. sugerują, że ilość termocykli zębów w rzeczywistym użytkowaniu sięga wartości 10 000 rocznie [6]. W badaniach przyjęto wykonanie partii próbek po 2000, 4000, 6000 itd. cykli. Ocena zużycia zmęczeniowego przeprowadzona będzie z wykorzystaniem mikroskopii skaningowej (RYS. 4) z dodatkową oceną mikroprzeciekania metodą penetrantów oraz własną metodyką z zastosowaniem mikroskopii świetlnej.

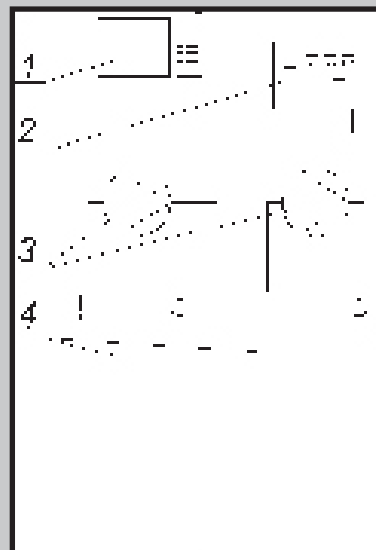
Gale et al. showed review of 130 articles (since 1967 till 1998) [6], which from statistical results are presented in TABLE 1 and they were used to develop the parameters of designed thermocycling device. The mean low-temperature point was 6.6°C (range 0–36°C, median 5.0°C). The mean high-temperature point was 55.5°C (range 40–100°C, median 55°C). The majority of reports quoted used just hot and cold temperature points, but 27 studies also used an intermediate temperature at 37°C. The number of cycles used varied from 1 to 1 000 000 cycles, with a mean of about 10 000 and median of 500 cycles. Dwell times were sometimes not stated, but the mean stated dwell time was 53 s, the median 30 s, with a range of 4 s to 20 min. In nearly all reports, no reasoning was given for the choice of temperature and timing conditions.

Most often values were 5°C and 55°C and dwell time about 30 seconds. In vivo recordings showed that with some hot foods that the temperature threshold of 55°C at the tooth surface is exceeded [6]. The clinically determined lowest minimum temperature is about 10°C [6], however in vitro temperature range used widely for in vitro-testing of dental materials seems to overstress the interface to a certain extend, which on the other hand, seemed to be favorable over the risk of a potential understressed situation.

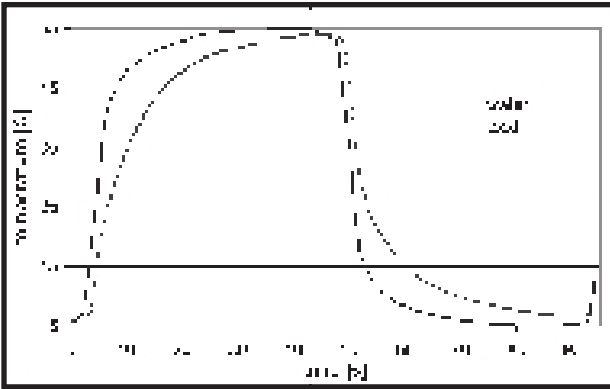
## The test stand

Worked-out parameters based on literature review were the foundation of the test stand for thermal fatigue research. The principal foredesign was continuous working without supervision under programmed conditions. It was guaranteed by programmed controller (Vision 280, Unitronics) equipped with K-type thermocouples, check valves (EV210B, Danfoss) and two thermostats (PolyScience, USA) for heating and cooling working medium (distilled water). Changes of the fluid were provided by two peristaltic pumps (Autoclude AU UV 3000HD). There could be simultaneously thermocycled up to 10 teeth mounted “crown-down” in individual holders placed in the test cell. Only crowns of the teeth were immersed in water in accordance with in vivo conditions. The scheme of the test stand is presented in FIG. 2.

Working parameters were set up according to literature review: low temperature 5°C, high temperature 55°C. In order to evaluate the temperature changes a tooth with a thermocouple mounted inside a restoration (about 2 mm below occlusal surface) was prepared. Measured temperatures: water and tooth inside, were presented in FIG. 3.



RYS. 2. Schemat stanowiska: 1–sterownik, 2–naczynko, 3–pompy perystaltyczne, 4–termostaty ze zbiornikami wody  
FIG. 2. Scheme of the test stand: 1–controller, 2–test cell, 3–peristaltic pumps, 4–thermostats with water tanks



**RYS. 3.** Zmiany temperatury wody w naczynku i zęba z teroparą.  
**FIG. 3.** Temperature changes in test cell (water) and in tooth.

## Podziękowania

Praca naukowa finansowana ze środków na naukę w latach 2008-20011 jako projekt badawczy.

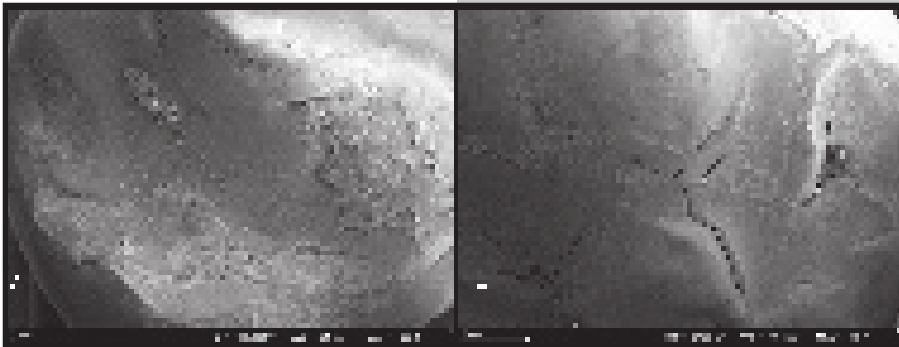
Basis on this experiment there was verified and evaluated dwell time on 30 seconds with filling and emptying time of 8 seconds each; every step was separated by 0.5 s pause.

## Thermocycling research

A provisional estimate of approximately 10 000 thermocycles per year is suggested [6]. In the research an assumption to make 2000, 4000, 6000, etc. cycles was made. Evaluation of thermocycle wear would be realized by scanning electron microscopy (FIG. 4) assisted with dye penetration and own method based on optical microscopy to verify the present methods and to develop the microleakage evaluation.

## Acknowledgements

The authors acknowledge to the support of the Ministry of Science and Higher Education, grant No 3260/B/T02/2008/35.



**RYS. 4.** Obraz SEM powierzchni żującej: a) ząb porównawczy, b) ząb poddany zmęczeniu cieplnemu (4000 termocykli).  
**FIG. 4.** SEM images of occlusal surface: a) reference tooth and b) thermocycled tooth (4000 thermocycles).

## Piśmiennictwo

- [1] Ernst C.P., Canbek K., Euler T., Willershausen B.: In vivo validation of the historical in vitro thermocycling temperature range for dental materials testing. *Clin Oral Invest* 8 (2004), 130–138.
- [2] Gräf W.: Thermal exposure of teeth during the consumption of extremely hot and cold food. *Dtsch Zahnärztl* 15 (1960), 30–34.
- [3] Brown W.S., Jacobs H.R., Thompson R.E.: Thermal fatigue in teeth. *J Dent Res* 51 (1972), 461–467.
- [4] Wahab F.K., Shaini F.J., Morgano S.M.: The effect of thermocycling on microleakage of several commercially available composite Class V restorations in vitro. *The Journal Of Prosthetic Dentistry* (2003) Vol. 90, No 2, 168-174.

## References

- [5] Curtis R.V., Watson T.F. (ed.): *Dental biomaterials. Imaging, testing and modeling.* Woodhead Publishing Ltd, Cambridge, England, 2008.
- [6] Gale M.S., Darvell B.W.: Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *Journal of Dentistry* 27 (1999), 89–99.
- [7] Rossomando K.J., Wendt S.L. Jr.: Thermocycling and dwell times in microleakage evaluation for bonded restorations. *Dent. Mater.* 11 (1995), 47-51.