Agata NIEWCZAS Daniel PIENIAK Teresa BACHANEK Barbara SUROWSKA Jarosław BIENIAŚ Krzysztof PAŁKA

PROGNOZOWANIE DEGRADACJI CZYNNOŚCIOWEJ SYSTEMÓW BIOMECHANICZNYCH NA PRZYKŁADZIE UKŁADU ZĄB – WYPEŁNIENIE KOMPOZYTOWE

PROGNOSING OF FUNCTIONAL DEGRADATION OF BIO-MECHANICAL SYSTEMS EXEMPLIFIED BY THE TOOTH-COMPOSITE FILLING SYSTEM

Opisana w niniejszym artykule metoda badań trwałości wypełnień stomatologicznych oparta jest na założeniu, że miarą degradacji systemu wypełnienie – tkanka zęba jest wielkość szczeliny brzeżnej. Szczelina brzeżna powstaje na powierzchni granicznej wypełnienia na skutek skurczu polimeryzacyjnego, a następnie w trakcie fizjologicznego procesu żucia powiększa się na skutek, między innymi, obciążeń mechanicznych i termicznych. Konsekwencją powstawania szczeliny brzeżnej jest zjawisko mikroprzecieku. Mikroprzeciek bakteryjny polega na penetracji mikroorganizmów i ich proliferacji w objętości pomiędzy wypełnieniem a ścianą ubytku. Wynikiem tego zjawiska jest próchnica wtórna wzdłuż granicy wypełnienia. W badaniach wykorzystano zęby ludzkie usunięte z powodów ortodontycznych i chirurgicznych. W zębach przeznaczonych do badań wypreparowano modelowe ubytki oraz założono wypełnienia z kompozytu mikrohybrydowego. Tak przygotowane próbki zębów poddano obciążeniom mechanicznym i termicznym symulującym warunki fizjologiczne na specjalnie opracowanym stanowisku badawczym. Po wykonaniu testu obciążeniowego przeprowadzono pomiary parametrów szczeliny brzeżnej wykorzystując mikroskop optyczny oraz skaningowy mikroskop elektronowy (SEM). Wyniki pomiarów poddano analizie statystycznej a następnie dokonano oceny przewidywanej trwałości układu ząb-wypełnienie. Badania wykazały, że możliwa jest przyśpieszona ocena procesu degradacji wypełnień stomatologicznych w warunkach in vitro. Opracowana metoda może mieć praktyczne zastosowanie, między innymi, w testowaniu nowych materiałów stomatologicznych.

Słowa kluczowe: kompozytowe wypełnienia stomatologiczne, nieszczelność brzeżna, badania przyśpieszone.

The method of resistance testing of dental materials described in this article is based on the principle that the measurement of the degradation of the filling – tooth tissue system is the size of a marginal fissure. The marginal fissure forms on the bordering surface of the filling as a result of polymer spasm and consequently it expands in the course of physiological process of chewing due to, among others, mechanical and thermal loads. The consequence of marginal fissure formation is the phenomenon of a micro-leak. The bacterial micro-leak deals with the penetration of micro-organisms and their proliferation in volume between the filling and the wall of a defect. This results in secondary caries along the filling border. Human teeth extracted due to orthodontic and surgical reasons were used in the tests. Model defects were prepared in the teeth designated to the tests and micro-hybrid fillings were applied. The specimens prepared in this way were next submitted to mechanical and thermal loads simulating physiological conditions performed on the specially prepared research post. After the performance of the load test, the measurements of the marginal fissure were taken with the use of optical and scanning electron microscope (SEM). The results of the measurements were statistically analyzed and the assessment of expected resistance of the tooth-filling system was made. The tests have revealed that it is possible to make the accelerated assessment of the degradation process of dental fillings is possible in in vitro conditions.

Keywords: composite dental fillings, marginal untightness, accelerated tests.

1. Wprowadzenie

Główną przyczyną inicjacji mikroprzeciekania brzeżnego jest skurcz polimeryzacyjny powodujący odrywanie się materiału adhezyjnego od ścian ubytku bądź wypełnienia kompozytowego [8]. Kompozyt polimerowy światłoutwardzalny użyty na wypełnienie ubytku w teście (*Heliomolar Ratiopaque* – cykle obciążeń termicznych, *ELS* – cykle obciążeń mechanicznych),

1. Introduction

The main reason of the initiation of marginal micro-leaking is a polymer spasm causing tearing the adhesive material off the defect walls or composite filling [8]. Polymer light curing composite used in the filling in the course of the test (Heliomar Ratiopaque – thermal load cycles, ELS – mechanical load cycles) showed polymer spasm on the regular basis during the process podczas procesu polimeryzacji wykazywał zawsze skurcz polimeryzacyjny, który prowadził do powstania szczeliny brzeżnej. Dla zapewnienia trwałego połączenia wypełnienia z powierzchnią ścian ubytku stosuje się systemy wiążące z użyciem żywic pośrednich lub płynów pośrednich [15]. Obecnie stosowane systemy wiążące mają za zadanie absorbować skutki skurczu polimeryzacyjnego. Efekt skurczu próbuje się również minimalizować zwiększając grubości warstwy bondu. Stosuje się także materiały wiążące z innych grup, np.: cementy glasjonomerowe, kompozyty półpłynne [4]. W opisanych tutaj testach wykorzystano systemy wiążące: *Heliobond* oraz *James 2*.

Degradacja wypełnienia kompozytowego podczas użytkowania w warunkach fizjologicznych jamy ustnej wiąże się z rozbudową szczeliny brzeżnej. Dlatego też w warunkach regularnych obciążeń fizjologicznych szczelina brzeżna może stanowić rzeczywistą miarę niezdatności użytkowej systemu ząb – wypełnienie. Natomiast parametry szczeliny brzeżnej mogą stanowić kryterium stanu granicznego tego systemu.

W większości badań nieszczelności brzeżnej ujmowano ten problem od strony jakościowej. Tylko niewielu autorów analizowało nieszczelność brzeżną ilościowo. W niektórych badaniach proponowano zastosowanie technik symulujących, w których naśladowano warunki jamy ustnej [10]. Wykorzystano: kinetyczne modele doświadczalne, oddziaływania sztuczną śliną, wprowadzono obciążenia termiczne bądź mechaniczne zęba [11]. Jednakże w większości przypadków znacząco upraszczano warunki obciążeń pomijając niekiedy wiele istotnych czynników środowiska jamy ustnej, bądź upraszczano geometrię modeli poddanych obciążeniom [1]. Różnicowano liczbę cykli obciążeniowych. Wprowadzano różnorodne kondycjonowanie warunków symulacji [5]. Ograniczało to możliwości porównania wyników różnych testów oraz uniemożliwiało ocenę stopnia degradacji w pełnym okresie trwałości wypełnienia.

Celem opisanych tu badań własnych była ocena ilościowa nieszczelności brzeżnej wypełnień kompozytowych w pełnym okresie trwałości, w warunkach in vitro. Do badań wykorzystano usuniete zeby ludzkie. Zeby po wykonaniu wypełnień przechowywano w soli fizjologicznej w temperaturze 310 K. Próbki zębów zostały poddane testom zmęczeniowym, w których odtwarzano procesy fizyko - mechanicznej degradacji zbliżone do procesów zachodzących w jamie ustnej podczas żucia. Symulację obciążeń cieplnych realizowano w zakresie temperatur od 278K do 328K wykorzystując w tym celu specjalny symulator szoków termicznych. Natomiast badania wpływu obciążeń mechanicznych realizowano wykorzystując symulator żucia. Oba symulatory są częściami składowymi specjalnego urządzenia do badań trwałościowych próbek zębów opracowanego w Politechnice Lubelskiej przy współpracy z Uniwersytetem Medycznym w Lublinie.

Podczas symulacji obciążeń termicznych obszar koncentracji największych naprężeń zwykle znajduje się w strefie granicznej wypełnienia i tkanki twardej zęba [2, 3]. Zjawisko to najprawdopodobniej powodowane jest penetracją płynów o zmiennej temperaturze podczas aktu żucia.

W warunkach prowadzonych testów, naśladując fizjologiczny proces żucia przyjęto, że kierunki sił tnących są zgodne z kierunkiem działania sił adhezji materiału wiążącego (bondu) z materiałem wypełnienia i tkankami zęba. Siły tnące stanowią najistotniejszy czynnik powodujący degradację systemu ząb – wypełnienie kompozytowe. of polymerization and this led to the formation of the marginal fissure. In order to guarantee a stable bond with the surface of defect walls, the bonding systems containing indirect raisins and indirect liquids are used [15]. Presently used bonding systems aim at absorption of the results of polymer spasm. The effects of the spasm can also be minimalized by increasing the thickness of the bond layer. Other bonding materials are also used, for example glassionomer cements and half-liquid composites [4]. In our tests *Heliobond* and *James 2* bonding systems were used.

Degradation of the composite filling during the normal usage in the physiological conditions found in the oral cavity is connected with the expansion of the marginal fissure. That is why in the conditions of regular physiological loads, the marginal fissure may constitute an actual measurement of usage unfitness. At the same time parameters of the marginal fissure may become the criterion of the limit state of the system.

In most tests of the marginal untightness, this problem was interpreted from the qualitative point of view. Only a few authors analyzed marginal untightness in terms of quantity. In some tests the application of simulating techniques was proposed and the conditions of the oral cavity were imitated [10]. The following were used: kinetic experimental models, reacting with artificial saliva or thermal or mechanical loads were also introduced. However, in most of these cases, the conditions of loads were considerably simplified and numerous factors of the environment of the oral cavity were omitted as well as geometry of models submitted to the loads was simplified [1]. The number of load cycles was varied. Diverse conditions of the simulation were also introduced [5]. This limited the possibility of comparing the results of various tests and made the assessment of degradation progress within the full period of filling resistance impossible.

The purpose of our tests described here was quantitative evaluation of marginal untightness of composite materials within the full period of their resistance, in *in vitro* conditions. Extracted human teeth were used in the tests. The teeth were kept in isotonic salt solution in the temperature of 310 K. The tooth specimens underwent fatigue tests recording physical and mechanical degradation processes simulating those found in the oral cavity during the process of mastication. Simulation of thermal loads was realized in the temperature range from 278 K to 328 K with the use of a special thermal shock simulator. Chewing simulator was used in the realization of mechanical loads. Both simulators constitute the components of a special apparatus used in resistance tests of tooth specimens designed at University of Technology in Lublin in the cooperation with Medical University of Lublin.

During the simulation of thermal loads, the area of concentration of strongest tensions can be usually found in the border zone of the filling of tooth hard tissue [2, 3]. This phenomenon is probably caused by the penetration of liquids of changeable temperature during the act of chewing.

In the conditions of the performed tests, imitating physiological process of chewing, it was assumed that the directions of shearing forces agree with the direction of activity of adhesive forces of the bond with the filling material and tooth tissues. Shearing forces constitute the most essential factor causing the degradation of the tooth-composite filling system.

Scanning and optical electron microscopes were used in the evaluation of marginal adhesion. Electron microscope was used in the assessment of marginal fissure on the chewing surface of the tooth. Observations with the use of optical microscope were performed in order to assess the expansion of marginal fissure Do oceny przylegania brzeżnego wykorzystano skaningowy mikroskop elektronowy oraz mikroskop optyczny. Mikroskop elektronowy stosowano do oceny szczeliny brzeżnej na powierzchni żującej zęba. Natomiast obserwacje przy pomocy mikroskopu optycznego prowadzono w celu oceny rozbudowy szczeliny brzeżnej w głąb ubytku. Pomiar prowadzono na specjalnie do tego celu wypreparowanych przekrojach zębów.

2. Obiekt badań

Do badań trwałościowych wykorzystano zęby ludzkie trzonowe i przedtrzonowe usunięte ze względów ortodontycznych i chirurgicznych. W zębach preparowano ubytki klasy I wg Blacka (rys. 1) o głębokości trzech milimetrów, co umożliwiło kontakt wypełnienia ze szkliwem i zębiną. Brzegi szkliwa w każdym zębie wygładzane były kamieniem typu Arkansas.

W ubytkach zakładane były wypełnienia z materiału kompozytowego zgodnie ze wskazaniami producenta (rys. 2). Szkliwo i zębina wytrawiane były 37% kwasem ortofosforowym. Następnie na wszystkie ściany ubytku oraz dno aplikowany był system wiążący. Materiał kompozytowy zakładany był do ubytku w warstwach o grubości ok. 2 mm każda i naświetlany lampą halogenową przez 40 sekund.

Tak przygotowane próbki zębów poddawano cyklicznym obciążeniom mechanicznym i termicznym na urządzeniu do badań trwałościowych symulującym warunki fizjologiczne.

3. Symulacja obciążeń termicznych

Symulator do realizacji szoków termicznych (moduł obciążeń cieplnych) (rys. 3) składa się z mikroprocesorowego układu sterowania oraz układu hydraulicznego. Urządzenie umożliwia wywoływanie szoków termicznych w próbkach zanurzonych w cieczy roboczej wypełniającej naczynie pomiarowe z zamocowanymi próbkami. Symulator szoków termicznych jest zintegrowany z symulatorem żucia. Działanie polega na okresowym pompowaniu i wypompowywaniu cieczy roboczej z naczynia pomiarowego. Naczynie pomiarowe jest naprzemiennie napełniane ciepłą (temp. 328K) lub zimną cieczą (temp. 278K) roboczą z dwóch niezależnych układów kondycjonowania temperatury.

W procesie symulacji utrzymywane są zaprogramowane czasy trwania poszczególnych czynności składowych całego cy-

Rys. 1. Geometryczny model zęba z wypreparowanym ubytkiem Fig. 1. Geometrical model of the tooth with prepared defect

deep down in the filling. The measurement was taken on specially prepared tooth sections.

2. Object of tests

Human molars and premorals extracted due to orthodontic and surgical reasons were used in durability tests. In the teeth defects of class I according to Black's classification (picture 1) were prepared, each of them 3 mm deep, which allowed for the contact of the filling with the enamel and dentine. The enamel edges in each tooth were smoothened with Arkansas type stone.

Composite filling were applied to the defects according to the manufacturer's instructions (Fig. 2). The enamel and dentine were itched with 37% orthophosphoric acid. Next all walls of the defects and its bottom were covered with the bonding system. Composite material was applied to the defect in layers, each about 2 mm thick and then it was exposed to halogen lamp for 40 seconds.

Tooth specimens prepared in this way underwent cyclical mechanical and thermal loads on the equipment simulating physiological conditions designed for durability tests.

3. Simulation of thermal loads

Simulator used for realization of thermal shocks (thermal load module) (Fig. 3) consists of micro-processor steering system and hydraulic system. The apparatus enables evoking thermal shocks in the specimens kept in the working liquid filling the measurement vessel with fixed specimens. Simulator of thermal shocks integrated with mastication simulator. Its activity deals with periodical pumping in and out of the working liquid from the measurement vessel. Measurement vessel is interchangeably filled with warm (temperature of 328 K) or cold working liquid (temperature of 278 K) from the two independent temperature conditioning systems.

In the course of the process of simulation, the programmed times of individual component activities of the whole cycle of



Rys. 2. Powierzchnia żucia zęba z wypelnieniem (SEM) Fig. 2. Chewing surface of the tooth with a filling (SEM)

klu obciążenia cieplnego. Na rysunku (rys. 4) przedstawiono przebieg procedury realizacji jednego cyklu szoków termicznych.

4. Symulacja procesu żucia

Zadaniem symulatora żucia jest odwzorowanie rzeczywistych obciążeń mechanicznych zębów w jamie ustnej. Fizjologiczne obciążenia mechaniczne zębów wywoływane są przez mięśnie przywodzące żuchwy. W pewnym uproszczeniu proces żucia składa się z ruchu odwodzenia i przywodzenia żuchwy oraz ruchów bocznych. Na rysunku (rys. 5b) przedstawiono typowy tor ruchu żuchwy wg Batesa [12]. W efekcie powstaje bardzo skomplikowany układ sił działających we wszystkich kierunkach.

Symulator żucia (rys. 5a) składa się w części zasadniczej z pneumatycznego mechanizmu docisku oraz dwuosiowego plotera napędzanego parą silników krokowych. Takie rozwiązanie zapewnia małą bezwładność elementów ruchomych oraz pełna swobodę doboru sił i toru

ruchu. Jedna z badanych próbek przymocowana jest do mechanizmu suwakowego wykonującego ruchy w kierunku pionowym, natomiast druga znajduje się na ploterze symulującym ruchy żuchwy [6].

Symulator wyposażony jest w układ tensometryczny służący do pomiaru sił tnacych powstających podczas aktu żucia. Dwa poziome czujniki tensometryczne umożliwiają pomiar wypadkowej siły tnącej w kierunku osi X, natomiast trzeci czujnik mierzy siłę w kierunku osi Y. Pomiar sił dokonywany jest w sposób ciągły w trakcie pracy. Podczas realizacji eksperymentów dane te sa rejestrowane w celu oceny rozkładu sił



- Rys. 3. Stanowisko do badań trwałościowych z wyszczególnieniem podzespolów modulu szoków cieplnych: 1 – mikroprocesorowy modul sterujący, 2 – zawory sterujące, 3 – symulator żucia, 4 – pompa perystaltyczna, 5 – termostat chłodzący, 6 – ultratermostat grzejący
- Fig. 3. Research post designed for durability tests with specification of sub-assemblies of thermal module shocks: 1 – micro-processor steering module, 2 – steering valves, 3 – chewing simulator, 4 – peristaltic pump, 5 – cooling thermostat, 6 – heating ultra thermostat



Rys. 4. Algorytm realizacji szoków termicznych z jednokrotnym pompowaniem cieczy roboczej

Fig. 4. Algorithm of thermal shock realization with a single pumping of working liquid

i wprowadzenia odpowiednich korekt do symulowanej trajektorii ruchu żuchwy [6].

Do sterowania symulatorem żucia opracowano specjalne oprogramowanie. Umożliwia ono modyfikację trajektorii ruchu

are recorded in order to assess the distribution of forces and to introduce necessary corrections to the simulated trajectory of the mandible [6].

In order to steer the simulator, a special programming was designed. It enables the modification of trajectory of the studied

CESS The aim of the chewing simulator is reflecting actual mechanical loads of the teeth in the oral cavity. Physiological mechanical loads of the teeth are caused by adductive muscles of the mandible. In some simplification, mastication process consists of the adduction and abduction of the mandible and lateral movements. Figure 5b shows the typical mandible trajectory according to Bates [12]. As a result, a very complicated system of forces acting in all

thermal load are maintained. Figure

4 presents the course of the realiza-

Mastication simulator (Figure 5a) consists of pneumatic holding down mechanism and two-axis plotter powered by the pair of hydraulic engines. Such a solution guarantees small inertia of movable elements and full freedom of force choice and trajectory. One of the studied

directions is created.

specimens is fixed to the slide mechanism performing vertical movements whereas the second one is situated in the plotter simulating mandibular movements [6].

Simulator is equipped with the tensometric system used for measuring of shearing forces forming during the act of chewing. Two horizontal tensometric sensors enable the measurement of the resultant shearing force in the direction of X axis, whereas the third sensor measures the force in the direction of Y axis. The measurement of forces is performed in the permanent way in the course of operation. During the performance of the experiments, the data badanych zębów. Możliwe jest również programowanie cyklicznej niepowtarzalności procesu żucia.

Wyekstrahowane zęby ludzkie obsadzane są w stalowych oprawach ustalających (rys. 6b). Następnie oprawy z zębami mocowane są w zaciskach symulatora (rys. 6a).

teeth. It is also possible to program cyclical lack of repetitiveness of the mastication process.

Extracted human teeth are placed in the steel holders (Figure 6b). Next, the holders containing teeth are fixed in the simulator clamps (Figure 6a).



- Rys. 5. a) Symulator żucia, b) przebieg sił tnących podczas symulacji aktu żucia (linia ciągła) oraz kształt zaprogramowanej trajektorii ruchu współpracujących próbek (linia kreskowa)
- *Fig. 5.* a) Mastication simulator; b) course of shearing forces during the act of mastication (full line) and the shape of programmed trajectory of cooperating specimens (dashed line)



Rys. 6. a) Sposób zamocowania próbek w symulatorze oraz ich współpraca, b) Próbka zęba zamocowana w obudowie (obsadzie) Fig. 6. a) Procedure of specimen fixation in the simulator and their cooperation, b) Tooth specimen fixed in the housing

5. Obserwacje mikroskopowe

Stopień degradacji układu biomechanicznego tkanka zęba - wypełnienie kompozytowe analizowano na podstawie obserwacji mikroskopowych. Obserwacje przeprowadzono na dwóch mikroskopach: optycznym i skaningowym. Za pomocą mikroskopu SEM obserwowano szczelinę brzeżną na powierzchni żucia. Natomiast za pomocą mikroskopu optycznego obserwowano przekrój podłużny zębów. W tym celu - do obserwacji na mikroskopie optycznym – zęby przecinano wzdłuż długiej osi (rys. 7a) a następnie zatapiano je w akrylu i szlifowano (rys. 7b).

Na rysunku (rys. 8) przedstawiono obraz mikroskopowy (SEM) powierzchni żucia. Widoczny jest obszar graniczny wypełnienia kompozytowego i szkliwa zęba.

Wyraźnie widoczna jest również szczelina brzeżna. Kształt szczeliny jest regularny na całej obserwowanej długości.

5. Microscope observations

The degree of degradation of bio-mechanical tooth tissuecomposite filling system was analyzed on the basis of microscope observations. They were performed with the use of two microscopes: optical and scanning. By means of SEM marginal fissure was observed on the chewing surface. Optical microscope was used for observation of the tooth longitudinal section. In order to assure the correct observation on the optical microscope, the teeth were cut along their long axis (Figure 7a) and next they were drowned in acryl and grinded (figure 7b)

Figure 8 shows SEM image of the mastication surface. Bordering area of the composite filling and the enamel are visible.

The marginal fissure is also well visible. Its shape is regular on the whole observed length.

Figure 9 presents the image of the chewing surface observed from the top with the use of SEM microscope. The fissure takes

NAUKA I TECHNIKA



- Rys. 7. a) Schemat badanych próbek zębów: A1, A2, B1, B2 obszary obserwacji szczeliny brzeżnej; b) widok próbki zęba wykorzystanej do obserwacji na mikroskopie optycznym
- Fig. 7. a) Diagram of the studied tooth specimens: A1, A2, B1, B2 areas of observation marginal fissure; b) view of the tooth specimen used in observation under optical microscope

Na rysunku 9 przedstawiono obraz obserwowanej z góry powierzchni żucia zęba uzyskany za pomocą mikroskopu SEM. Szczelina przyjmuje kształt regularny. Wewnątrz szczeliny widoczna jest pośrednia warstwa bondu. Warstwa pośrednia pełni rolę systemu wiążącego pomiędzy wypełnieniem i tkanką zęba.

Na rysunku 10 przedstawiono obraz z mikroskopu optycznego, który przedstawia szczelinę brzeżną między zębiną i wypelniem wzdłuż długiej osi zęba. Szczelina wzdłużna ma odmienny charakter rozbudowy w porównaniu ze szczeliną na powierzchni żucia. Większe zróżnicowanie szerokości szczeliny wzdłużnej powodowana jest przez nieregularność krawędzi ubytku w obszarze zębiny.

Na rysunku 11 przedstawiono obraz powierzchni wzdłużnego przekroju zęba przy powiekszeniu x200. Obserwowana tu szczelina brzeżna posiada zróżnicowany kształt i szerokość. Na odcinku graniczącym z zębiną szczelina charakteryzuje się większą nieregularnościa niż na odcinku graniczącym ze szkliwem. a regular shape. Indirect layer of the bond is visible inside of the fissure. The indirect layer acts as a bonding system between the filling and the tooth tissue.

Figure 10 shows the image from optical microscope presenting marginal fissure between the dentine anf filling along the long tooth axis. The marginal fissure has a different character of expansion as compared with the fissure on the chewing surface. A greater diversity of the long fissure width is caused by irregularity of the defect edge in the dentine area.

Figure 11 shows the image of the longitudinal tooth section in magnification of x200. The observed marginal fissure takes diverse shape and width. On the section bordering with the dentine, the fissure can be characterized as having a greater irregularity as compared with on the section bordering with the enamel.



- Rys. 8. Obraz SEM szczeliny brzeżnej na powierzchni żucia zęba: 1 tkanka twarda zęba, 2 – wypełnienie kompozytowe, 3 – szczelina brzeżna
- Fig. 8. SEM image of the marginal fissure on the chewing surface: 1-tooth hard tissue, 2-composite filling, 3- marginal fissure



- Rys. 9. Obraz SEM nieszczelności brzeżnej systemu ząb wypełnienie: 1 – wypełnienie kompozytowe, 2 – tkanka twarda zęba, 3 – warstwa adhezyjna, 4 – szczelina brzeżna
- Fig. 9. SEM image of marginal untightness of the tooth-filling system: 1-composite filling, 2-tooth hard tissue, 3- adhesive layer, 4-marginal fissure

SCIENCE AND TECHNOLOGY



- Rys. 10. Obraz powierzchni przekroju wzdłużnego zęba uzyskany z mikroskopu optycznego: 1 – wypełnienie kompozytowe, 2 – zębina, 3 – szczelina brzeżna
- Fig. 10. Image of the surface of longitudinal section of the tooth under optical microscope: 1-composite filling, 2-dentine, 3-marginal fissure

6. Wyniki badań

Otrzymane wyniki pomiarów zostały pogrupowane do dalszych analiz. Podział na grupy został dokonany według lokalizacji obszaru obserwacji szczeliny:

- m.p. powierzchnia żucia (mastication plan);
- e. szkliwo (enamel);
- d. zębina (dentine);
- oraz według rodzaju obciążenia:
- TC cykle termiczne (thermal cycle);
- MC cykle żucia (mastication cycle).

Histogramy szeregu rozdzielczego szczelin o określonej przedziałowo szerokości przedstawiono na rysunkach (rys. 12 – rys. 13). Histogramy aproksymowano krzywą Gaussa.

W celu sprawdzenia zgodności danych empirycznych z rozkładem normalnym wykorzystano nieparametryczny test Kolmogorova – Smirnova. Dodatkowo wykonano test Shapiro - Wilka (tab. 1).

W teście Kolomogorva – Smirnova miarą istotności jest wartość statystyki *D*. Statystyka *D* stanowi największą różnicę między dystrybuantą teoretyczną F(x) a dystrybuanta empiryczną $S_n(x)$ [7]. Gdy *D* dąży do zera to próba empiryczna ma większą zbieżność rozkładu z modelem teoretycznym (tab. 1).

Natomiast test Shapiro – Wilka jest testem analizy wariancji dla hipotezy o normalności rozkładu (tab. 1) [7].

Podstawowe parametry opisowe rozkładów statystycznych szerokości szczeliny brzeżnej przedstawiono w tabeli 2. Wyszczególniono: wartość średnią, medianę, wartość minimalną i maksymalną, odchylenie standardowe, współczynnik skośności rozkładu oraz kurtozę rozkładu.



- Rys. 11. Obraz powierzchni przekroju wzdłużnego zęba z mikroskopu optycznego: 1 – zębina, 2 – szkliwo, 3 – wypełnienie kompozytowe, 4 – warstwa adhezyjna, 5 – szczelina brzeżna, 6 – powierzchnia żucia
- Fig. 11. Image of the longitudinal tooth section under optical microscope: 1- dentine, 2-enamel, 3- composite filling, 4-adhesive layer, 5- marginal fissure, 6- chewing surface

6. Tests results

The obtained measurements results were grouped in order to be further analyzed. The division into groups was made according to the localization of the observation surface of the fissure:

- m,p. mastication plan;
- e.-enamel;
- d. -dentine;
- and according to the type of load;
- TC thermal cycle;
- MC mastication cycle.

Histograms of distributive series of the fissure with rate determined width is presented in pictures 12 and 13. Histograms were approximated with the Gauss curve. In order to check agreement between empirical data and normal distribution Kolmogorov-Smirnov non- parametrical test was used. Additionally, Shapiro-Wilk test was also applied (table 1).

In Kolmogorov-Smirnov test, the measurement of significance is the statistical value D. It is the biggest difference between theoretical distribuant F(x) and empirical distribuant Sn(x) [7]. When D aims at 0 then the empirical trial is more compatibile in terms of distribution distribution with the theoretical model (table 1) [7].

Shapiro-Wilk test checks analysis of variation for the hypothesis of the distribution regularity.

Basic descriptive parameters of statistical distributions of marginal fissure width are presented in Table 2. The following were specified: mean value, median, minimum and maximum value, standard derivation, skewness and kurtosis.





Fig. 12. Histogram of distributive series of the marginal fissure width in the test of thermal shocks (TC)



Rys. 13. Histogram szeregu rozdzielczego szerokości szczeliny brzeżnej w teście obciążeń mechanicznych (MC)

- Fig. 13. Histogram of distributive series of marginal fissure width in the test of mechanical loads (MC)
- Tab. 1.
 Wyniki oceny zgodności z rozkładem normalnym (test szoków termicznych TC)

 Tab. 1.
 Results of compatibility with regular distribution (test of thermal shocks TC)

1.	Group	Ν	max D	K-S	W	р	
3	TC m.p.	61	0,155618	p < ,15	0,819528	0,000000	
	TC d.	295	0,075435	p < ,10	0,961328	0,000000	
	TC e.	236	0,121622	p < ,01	0,851392	0,000000	
	MC m.p.	43	0,138646	p > .20	0,911924	0,002937	
4	MC d.	62	0,123480	p > .20	0,958335	0,034213	
	MC e.	55	0,079716	p > .20	0,976502	0,353450	
2.	1	2	3	4	6	7	

Tab. 2. Statystyki opisowe wyników pomiarów szerokości szczeliny brzeżnej (test szoków termicznych TC i test obciążeń mechanicznych MC) Tab. 2. Descriptive statistics of marginal fissure measurements (test of thermal shocks TC and test of mechanical loads MC)

1.	Group	Mean	Median	Minimum	Maximum	Std.Dev.	Skewness (Skośność)	Kurtosis (Kurtoza)
3.	2000 TC m.p.	0,004250	0,003000	0,001000	0,013000	0,003416	1,316390	1,43705
	20000 TC m.p.	0,006182	0,005500	0,001000	0,013000	0,003660	0,417227	-0,92321
	40000 TC m.p.	0,006444	0,006000	0,001000	0,011000	0,003432	-0,128905	-1,08484
	60000 TC m.p.	0,004333	0,004000	0,001000	0,008000	0,002291	-0,204858	-0,26304
	90000 TC m.p.	0,010750	0,007000	0,002000	0,028000	0,010133	1,723044	3,27484
4.	2000 TC d.	0,006987	0,006500	0,000000	0,021000	0,004898	0,612450	-0,12529
	20000 TC d.	0,005727	0,005000	0,000000	0,015000	0,003850	0,357274	-1,07418
	40000 TC d.	0,006478	0,006000	0,001000	0,015000	0,003063	0,417944	0,03710
	60000 TC d.	0,007821	0,007000	0,003000	0,018000	0,004088	0,852748	-0,15243
	90000 TC d.	0,010250	0,009000	0,006000	0,019000	0,003691	1,498362	1,39320
	2000 TC e.	0,005844	0,004000	0,001000	0,018000	0,004722	0,879936	-0,21727
	20000 TC e.	0,005932	0,006000	0,000000	0,015000	0,003808	0,493310	-0,70218
5.	40000 TC e.	0,005951	0,006000	0,002000	0,010000	0,002130	0,307991	-0,39197
	60000 TC e.	0,004804	0,005000	0,002000	0,009000	0,001941	0,353441	-0,50461
	90000 TC e.	0,011188	0,008500	0,001000	0,029000	0,009063	1,055785	-0,01364
6.	100000 MC m.p.	0,016337	0,015561	0,006666	0,036832	0,006099	1,259819	2,63421
	100000 MC d.	0,019569	0,017929	0,008571	0,036410	0,006606	0,465817	-0,55238
	100000 MC e.	0,023910	0,024435	0,009738	0,039968	0,007466	0,191643	-0,57023
2.	1	2	3	4	5	6	7	8

7. Statystyczna ocena różnic między średnimi – test t Studenta

Ocenę różnic między średnimi wynikami szerokości szczeliny w poszczególnych grupach pomiarów przeprowadzono na podstawie statystycznego testu *t Studenta*. Oceniono istotność różnic średnich wartości szczeliny między kolejnymi przedziałami obciążenia termicznego (w sensie liczby cykli termicznych): 2000 TC, 20000 TC, 40000 TC, 60000 TC, 90000 TC (tab. 3).

W statystycznych testach oszacowania strukturalnej rozbudowy szczeliny (oceny istotności różnic wartości średnich między obszarami lokalnymi tab. 4 i tab. 5) wyniki grupowano według obszaru obserwacji oraz według liczby cykli obciążeniowych. Różnice parametrów szczeliny w kolejnych przedziałach obciążenia oceniano za pomocą testu *t Studenta* dla zmiennych zależnych [13].

Przedstawiona w tabelach 3,4 i 5 wartość statystyki *p* określa prawdopodobieństwo błędu związanego z przyjęciem hipotezy o istnieniu istotnej różnicy między średnimi. Znak funkcji *t*, podobnie jak w przypadku zmiennej standaryzowanej wskazuje na ujemne lub dodatnie odchylenie od średniej [16].

- Tab. 3. Porównanie wartości średnich szerokości szczeliny dla rosnącej liczby szoków termicznych w teście TC
- Tab. 3. Comparison of mean values of fissure width for the growing number of thermal shocks in TC test

1.	Gr. 1 vs. Gr. 2	t	р
	2000 TC vs. 20000 TC	0,91452	0,361027
	2000 TC vs. 40000 TC	-0,01398	0,988856
	2000 TC vs. 60000 TC	-0,05215	0,958451
	2000 TC vs. 90000 TC	-5,12049	0,000001
_	20000 TC vs. 40000 TC	-0,92713	0,354587
3.	20000 TC vs. 60000 TC	-0,84739	0,397483
	20000 TC vs. 90000 TC	-6,80944	0,000000
	40000 TC vs. 60000 TC	-0,05115	0,959269
	40000 TC vs. 90000 TC	-5,38188	0,000000
	60000 TC vs. 90000 TC	-4,56952	0,000012
2.	1	2	3

7. Statistical assessment of differences between mean values- t student test.

The assessment of differences between the results of fissure width in individual measurement groups was made on the basis of statistical t student test. Significance of differences of mean values of the fissure between subsequent ranges of thermal load (with respect to the number of thermal cycles) was evaluated: 2000 TC, 20000 TC, 40000 TC, 60000 TC, 90000 TC (table 3).

In the statistical tests of estimating structural expansion of the fissure (evaluation of significance of differences of mean values between local areas, table 4 and 5) the results were grouped according to the observation area and the number of load cycles. The differences of the fissure parameters in subsequent ranges of load were assessed with the use of t student test for dependent variables [13].

The value of statistics p presented in tables 3, 4 and 5 specifies error probability connected with acceptance of the hypothesis about existence of significant difference between mean values. Function mark t, similarly as in the case of standard variable indicates negative or positive derivation from the mean [16].

- Tab. 4. Porównanie średnich wartości szerokości szczeliny w różnych obszarach lokalnych w warunkach testu szoków cieplnych (TC)
- Tab. 4. Comparison of mean values of fissure width in different local areas in the conditions of the test of thermal shocks (TC)

1.	Gr. 1 vs. Gr. 2	t	р
3	2000 TC d. vs. 2000 TC e.	2,16062	0,034534
	20000 TC d. vs. 20000 TC e.	0,5866	0,558989
	40000 TC d. vs. 40000 TC e.	1,78869	0,082323
	40000 TC d. vs. 60000 TC e.	2,95278	0,006449
	90000 TC d. vs. 90000 TC e.	-0,38775	0,702510
	2000 TC m.p. vs. 2000 TC d.	-4,63755	0,000322
4	20000 TC m.p. vs. 20000 TC d.	-0,19558	0,846819
	40000 TC m.p. vs. 40000 TC d.	-0,63098	0,545655
	60000 TC m.p. vs. 60000 TC d.	-3,12005	0,014228
	90000 TC m.p. vs. 90000 TC d.	-1,03907	0,357455
5	2000 TC m.p. vs. 2000 TC e.	-1,10124	0,288152
	20000 TC m.p. vs. 20000 TC e.	-2,34072	0,029194
	40000 TC m.p. vs. 40000 TC e.	1,22474	0,255508
	60000 TC m.p. vs. 60000 TC e.	-0,38052	0,713463
	90000 TC m.p. vs. 90000 TC e.	0,55544	0,608191
2.	1	2	3

Tab. 5. Porównanie średnich wartości szerokości szczeliny w różnych obszarach lokalnych (MC) Tab. 5. Comparison of mean values of fissure width in different local areas (MC)

1.	Groups	Mean	t	df	р
_	100000 MC m.p.	0,016337	4 20 400	42	0,000105
3	100000 MC d.	0,021240	-4,28408		
	100000 MC m.p.	0,016337	6 51026	42	0,000000
4	100000 MC e.	0,024496	-0,51830		
5	100000 MC d.	0,019582	2 22277	54	0,002086
	100000 MC e.	0,023910	-3,23377		
2.	1	2	3	4	5

8. Dyskusja wyników analizy statystycznej szerokości szczeliny brzeżnej

- Wykazano istotne różnice między średnią wartością szerokości szczeliny brzeżnej po maksymalnej liczbie szoków termicznych (90000 TC) a pozostałymi wartościami średnimi po mniejszej liczbie cykli.
- Nie stwierdzono istotnych różnic między średnimi uzyskanymi we wcześniejszych przedziałach obciążenia (2000 TC – 60000 TC).
- Oceniając strukturalną rozbudowę szczeliny brzeżnej poprzez porównanie wartości średnich w obszarach lokalnych: zębiny, szkliwa i powierzchni żucia stwierdzono, że największe różnice szerokości szczeliny brzeżnej występują między powierzchnią żucia a obszarem szkliwa po 20000 cykli obciążenia termicznego (p < 0,05).
- Wyniki obserwacji w obszarze powierzchni żucia i szkliwa w kolejnych przedziałach obciążenia (40000 TC do 90000 TC) wskazują na zbieżną tendencję rozbudowy szczeliny brzeżnej (p > 0,05).
- Ponadto stwierdzono, że średnia szerokość szczeliny brzeżnej w obszarze zębiny jest porównywalna w kolejnych przedziałach obciążenia: 20000TC; 40000 TC; 90000 TC (p > 0,05). Natomiast wykazano istotne różnice rozbudowy szczeliny po 60000 TC i 2000 TC (p < 0,05).
- W testach obciążeń mechanicznych (test MC 100000 cykli) wykazano istotne różnice między średnimi w obszarach: zębiny, szkliwa i na powierzchni żucia.

9. Oszacowanie zdatności charakterystycznej badanych wypełnień

Do oszacowania trwałości systemu ząb-wypełnienie wzięto pod uwagę próbki badane w teście "szoków termicznych". Do oceny wykorzystano dwuparametrowy rozkład Weibulla.

Do wyznaczenia parametrów rozkładu (kształtu i skali) posłużono się metodą największej wiarygodności (ang. maximum likelihood method). Metoda ta stanowi ogólną metodę estymacji parametrów populacji przy pomocy wartości, które maksymalizują wiarogodność próby (L). Wiarogodność L próby składającej się z *n* obserwacji $x_1, x_2, ..., x_n$ jest funkcją łącznego prawdopodobieństwa $p(x_{1}, x_{2}, ..., x_{n})$, gdzie $x_{1}, x_{2}, ..., x_{n}$ są zmiennymi losowymi skokowymi. Jeśli $x_p, x_2, ..., x_n$ są zmiennymi losowymi ciągłymi, wówczas wiarygodność L próby składającej się z n obserwacji x,, x,, ..., x, jest funkcją gęstości łącznego prawdopodobieństwa $f(x_1, x_2, ..., x_n)$. Na rysunku 14 przedstawiono nieparametryczny wykresy prawdopodobieństwa. Pozioma oś czasu użytkowania (liczba szoków termicznych) jest wyskalowana logarytmicznie, zaś na osi pionowej odkładana jest wartość log(log(100/(100-F(t)))) (lewa oś y opisana jest w skali prawdopodobieństwa). Z wykresu (rys. 14) odczytano parametry dwuparametrowego rozkładu Weibulla. Parametr kształtu jest równy współczynnikowi nachylenia dopasowanej linii prostej a parametr skali można obliczyć jako exp(wyraz wolny/nachylenie).

W celu sprawdzenia wiarygodności dopasowania parametru skali (określającego zdatność charakterystyczną) rozkładu nieparametrycznego przeprowadzono estymację funkcji niezawodności R(t) rozkładu teoretycznego dla pięciu różnych parametrów kształtu c (0,1; 0,5; 1,0786; 2; 5) (rys. 15). Dla c < 1 niezawodność maleje początkowo gwałtownie a następnie umiarkowanie.

8. Discussion of the results of statistical analysis of the marginal value width.

- Significant differences between the mean value of the marginal fissure width after maximum number of thermal shocks (90000 TC) and remaining mean values after a smaller number of cycles.
- No significant differences between mean values obtained in previous load ranges (2000 TC-60000 TC) were recorded.
- Assessing structural expansion of the marginal fissure through comparison of mean values in local areas: dentine, enamel and chewing surface it was observed that the greatest differences in the marginal fissure width occur between the chewing surface and the enamel area after 20000 cycles of thermal load (p<0,05).
- The results of observation in the area of chewing and the enamel in the subsequent load ranges (40000 TC to 90000 TC) point out to the compatible tendency of the marginal fissure expansion (p>0,05).
- Additionally it was observed that the mean value of the marginal fissure width in the dentine area is comparable in the subsequent ranges of load: 20000TC; 40000 TC; 90000 TC (p > 0,05). However, significant differences of the fissure expansion were recorded after 60000 TC and 2000 TC (p < 0,05).
- In the tests of mechanical loads (test MC 100000 cycles) significant differences were shown between the mean values in the following areas: the dentine, enamel and on the chewing surface.

9. Estimating of fitness characteristic for the studied fillings.

In order to estimate the durability of the tooth-filling system, the specimens studied in the test of thermal shocks were taken into consideration.

The method of maximum likelihood was used to determine the parameters of distribution. This method constitutes the general method of estimation of population parameters with the use of values which maximalize the likelihood of the trial (L). Likelihood L of the trial consisting of n observation x1, x2.....xn is the function of joined likelihood p(x1, x2...xn), where x1, x2.... xn are random leap variables. When x1, x2.....xn are random permanent values then L likelihood of the trial consisting of n of the observation x1, x2....xn is the function of volume of the joined likelihood f(x1,x2....xn). Picture 14 presents non-parametrical diagram of likelihood. Horizontal axis of the usage time (number of thermal shocks) is scaled logarithmically, whereas on the vertical axis the following value is added log (log (100: (100-F(l)))) (left y axis is described in the scale of likelihood). The parameters of the double-parameter Weibull's distribution were read from diagram 14. The parameter of shape is equal to the inclination parameter of the matched full line and the scale parameter may be calculated as exp (free word//inclination).

In order to check likelihood of matching a proper parameter scale (determining characteristic fitness) of non-parametrical distribution, estimation of reliability function R (t) of theoretical distribution for five different parameters of shape c (0,1; 0,5; 1,0786; 2; 5) (picture 15) was performed. For c <1 likelihood initially decreases rapidly and next moderately. For c>1 initial decrease of likelihood is not considerable, next the pace of increase considerably increases.

Dla c > 1 początkowy spadek niezawodności jest niewielki, następnie tempo spadku znacznie zwiększa się.

Jeżeli na wykresie jest punkt, w którym wszystkie krzywe przebiegu funkcji niezawodności przecinają, to wyznacza on zdatność charakterystyczną (zdatność charakterystyczna będąca pewnym stanem niezawodnościowym jest definiowana jako czas, w którym 63,2% populacji uległo awarii) oraz świadczy o poprawności parametrów rozkładu uzyskanych metodą największej wiarygodności. If there is a point on the diagram in which all curves of the reliability function course cross-cut then this point marks characteristic fitness (characteristic fitness being a certain reliability state is defined as the time in which 63,2% of the population underwent the breakdown) and is the evidence of the correctness of parameters of distribution obtained by the method of the greatest reliability.



Rys. 14. Nieparametryczny wykres prawdopodobieństwa uszkodzenia Fig. 14. Non-parametrical diagram of damage likelihood



Rys. 15. Przebieg funkcji niezawodności R(t) rozkładu Weibulla dla czterech parametrów kształtu c=0,5; 1,0; 2,0; 5,0 Fig. 15. Reliability function course R(t) of Weibull's distribution for four shape parameters c=0,5; 1,0; 2,0; 5,0

6. Podsumowanie

Przeprowadzone badania wykazały możliwość oceny nieszczelności brzeżnej wypełnień stomatologicznych w warunkach "in vitro", poprzez obserwację mikroskopową rozwoju szczeliny brzeżnej w eksperymentalnie wypełnionych zębach ludzkich, poddanych testom termicznym i mechanicznym.

Stwierdzono, że szczelina brzeżna powiększa się pod wpływem cyklicznych zmian temperatury i zmiennych obciążeń mechanicznych. Rozwój ten jest wieloetapowy. Po przekroczeniu

6. Summary

The carried out tests have proved the possibility of the assessment of marginal untightness of dental fillings in *in vitro* conditions through microscope observation of the development of the marginal fissure in experimentally filled human teeth submitted to thermal and mechanical tests.

It was observed that the marginal fissure grows under the influence of cyclical changes in temperature and changeable mechanical loads. This development is multi-stage. After exceeding granicznej liczby cykli obciążenia następuje gwałtowna rozbudowa szczeliny.

Opracowana metoda oparta na laboratoryjnej ocenie rozbudowy szczeliny brzeżnej umożliwia prognozowanie trwałości wypełnień w sensie probabilistycznym. the limit number of load cycles the rapid expansion of the fissure occurs.

Our method is based on the laboratory evaluation of the marginal fissure guarantees the prognosis of durability of fillings in the probabilistic sense.

7. Bibliografia

- Borkowski K, Kotousov A, Kahler B. Effect of material properties of composite restoration on the strength of the restoration dentine interface due to polymerization shrinkage, thermal and occlusal loading. Medical Engineering & Physics 2007; 29: 671 – 676.
- Davidson C L, Davidson Kaban S S. Handling of mechanical stresses in composite restorations. Dent Update 1998; 25: 274– 279.
- 3. Davidson C L, Feilzer A J. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. Journal of Dentistry 1997; 25: 435–440
- 4. Dietschi D, Monasevic M, Krejci I, Davidson C. Marginal and internal adaptation of class II restoration after immediate or delayed composite placement. Journal of Dentistry 2002; 30: 259-269.
- 5. Gale M S, Darvell B W. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restoration. Journal of Dentistry 1999; 27: 89 99.
- Hunicz J, Niewczas A, Kordos P, Pieniak D. Experimental test stand for analisis of composite dental fillings degradation. Eksploatacja i Niezawodnosc - Maintenance and Realiability 2007; 2: 37 – 43.
- 7. Kendall M G, Buckland W R. Słownik terminów statystycznych. Warszawa: PWN, 1986.
- Krupiński J, Żarow M, Gończowski K, Dyląg M. Laboratory evaluation of marginal seal of conventional and modified restorations. Stomatologia Współczesna 1999; 6: 51 – 56.
- 9. Migdalski J (red.). Inżynieria niezawodności. Poradnik. Warszawa: ATR and ZETOM, 1992.
- 10. Niewczas A, Bachanek T. The evaluation of marginal untightness between the composite filling, enamel and dentine in the conditions of mechanical loads simulating the cycle of mastication. Polish Journal of Environ. Stud. 2007; 16: 364-367.
- Nikaido T, Kunzelmann K H, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Cox C F, Hickel R, Tagami J. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength a self – etching primer system to dentin. Dental Materials 2002; 18: 269 – 275.
- 12. Pihut M. Czynniki wpływające na siły zgryzowe generowane w układzie somatognatycznym. Poradnik Stomat. 2003; 3: 20-23.
- 13. StatSoft. Elektroniczny Podręcznik Statystyki PL. WEB: http://www.statsoft.pl/textbook/stathome.html 2006 Kraków: 2006.
- Szenowski H, Kupka T, Twardawa H, Skaba D. Analiza szczelności brzeżnej materiałów do wypełnień stałych zewnętrznych. Stomatologia Zachowawcza 1997; 2: 15 – 19.
- 15. Qingshan L, Jepsen S, Albers H K, Eberharda J. Flowable materials as an intermediate layer could improve the marginal and internal adaptation of composite restorations in Class-V-cavities. Dental Materials 2006; 22: 250–257.
- 16. Volk W. Statystyka stosowana dla inżynierów. Warszawa: WNT, 1973.

Dr n. med. Agata NIEWCZAS Prof. dr hab. Teresa BACHANEK Uniwersytet Medyczny w Lublinie Katedra i Zakład Stomatologii Zachowawczej ul. Karmelicka 7, 20-081 Lublin e-mail: agatan@neostrada.pl Mgr inż. Daniel PIENIAK Szkoła Główna Służby Pożarniczej w Warszawie

Zakład Mechaniki Stosowanej ul. Słowackiego 52/54, 01-629 Warszawa e-mail: daniel60@poczta.fm Prof. dr hab. Barbara SUROWSKA Dr inż. Jarosław BIENIAŚ Dr inż. Krzysztof PAŁKA Politechnika Lubelska Katedra Inżynierii Materiałowej ul. Nadbystrzycka 36, 20-608 Lublin e-mail: j.bienias@pollub.pl