

# Ispitivanje svojstava materijala za uporabu u dentalnoj medicini

## Testing methods of materials to be used in dental medicine

Višnja Katić\*, Stjepan Špalj

Katedra za ortodonciju,  
Studij Dentalne medicine,  
Medicinski fakultet Sveučilišta u Rijeci,  
Rijeka

Primljeno: 20. 11. 2013.  
Prihvaćeno: 9. 5. 2014.

**Sažetak.** Postojanost materijala za upotrebu u dentalnoj medicini važna je za očuvanje biokompatibilnosti u složenim uvjetima usne šupljine. Biomaterijali su razne vrste materijala koje se ugrađuju u ljudsko tijelo. Biokompatibilnost podrazumijeva ravnotežu između funkcije, korištenih materijala i domaćina. Procjena biokompatibilnosti materijala uključuje više vrsta bioloških testiranja, testiranje fizikalnih svojstava (mehanička, korozivna) i procjenu između rizika i dobrobiti (engl. *risk-benefit analysis*). Sva testiranja moraju biti standardizirana i reproducibilna. Biološka testiranja su *in-vitro*, *in-vivo* i klinička, a provode se na razini nespecifične toksičnosti, specifične toksičnosti i kliničkih testiranja te traju sve vrijeme korištenja određenog materijala. Metode testiranja i definicije mehaničkih svojstava čvrstoće i tvrdoće, testiranje trenja, površinske hrapavosti i adhezije materijala su opisane. Vrste korozije i elektrokemijska testiranja kojima opisujemo sklonost materijala određenoj vrsti korozije navedene su. Kemijske analize površine i strukture materijala te kvalitativni prikaz poželjno je odrediti na uzorcima prije testiranja i nakon što su bili izloženi određenom utjecaju. Ispitivanje optičkih svojstava postojanosti boje, translucencije i opalescencije je bitno za materijale koji se ugrađuju na vidljiva mjesta. Termalna svojstva se ispituju termodilatometrijom (termomehanička analiza) i testom termalnog šoka, zbog potreba u tijeku izrade ili korištenja dentalnog nadomjeska, ali i kao terapijskog sredstva. Fotoelastična analiza stresa koristi se kao neinvazivna opservacijska metoda za proučavanje raspodjele i smjera stresa. Pouzdanost rezultata ovisi o modelu istraživanja, načinu i veličini uzorkovanja, kao i metodama izbjegavanja pogrešaka prilikom istraživanja. Prediktivni potencijal matematičkih modela (metoda konačnih elemenata) omogućuje usporedbu s testiranjem za dobivanje boljih zaključaka i stvaranje kompjutorskih programa čije simulacije olakšavaju svakodnevni rad.

**Cljučne riječi:** biokompatibilni materijali; dentalni materijali; korozija; mehanički pojmovi

**Abstract.** Stability of materials to be used in dental medicine is important for preservation of biocompatibility within complex intraoral environment. Biomaterials are various kinds of materials for implantation in the human body. Biocompatibility implies the balance between function, used materials and host. Assessment of biocompatibility of materials includes several biological tests, testing of physical properties (mechanical, corrosive), and risk-benefit analysis. All testing must be standardized and reproducible. Biological testing includes *in-vitro*, *in-vivo* and clinical tests. Testing is conducted on clinical and levels of non-specific and specific toxicity, and lasts during the usage of the specific material. Testing methods and definitions of mechanical properties – strength and hardness, friction testing, surface roughness and materials' adhesion are described. Types of corrosion and electrochemical testing which describe susceptibility of material to various types of corrosion are listed. It is desirable to determine chemical surface composition, structure of materials and qualitative analysis prior to, and after exposure of specimen to the specific condition. Analysis of optical properties – color stability, translucence and opalescence- is important for materials implanted in visible areas. Thermal properties are tested with thermodilatometry (thermomechanical analysis) and thermal shock test, for analysis during manufacturing or use of dental prosthetics, and as mean of therapy. Photoelastic stress analysis (non-invasive observation method) studies distribution and direction of the stress. Results reliability depends on the research design, modality of sampling, sample size and methods for avoiding research errors. Predictive potential of mathematical models (finite elements method, meshless method) enables the comparison with standardized testing and programs construction, which facilitate everyday work.

**Key words:** biocompatible materials; corrosion; dental materials; mechanical concepts

**\*Dopisni autor:**

Višnja Katić, dr. med. dent.  
Katedra za ortodonciju  
Studij Dentalne medicine  
Medicinski fakultet Sveučilišta u Rijeci  
Krešimirova 40, 51 000 Rijeka  
e-mail: visnja.katic@medri.uniri.hr

<http://hrcak.srce.hr/medicina>

## PRIRODNI OKOLIŠ DENTALNIH MATERIJALA

Usna šupljina je dinamični okoliš u kojem su dentalni materijali svakodnevno i učestalo izloženi biokemijskim, mehaničkim i mikrobiološkim utjecajima. Postojanost materijala i naprava za primjenu u dentalnoj medicini je imperativ, jer slabljenje njihovih svojstava može poremetiti lokalnu harmoniju s okolnim strukturama<sup>1</sup>, ali i oslabjeti opće stanje organizma zbog lokalnih upalnih procesa i alergijskih reakcija nastalih djelovanjem korozivnih produkata koji su se apsorbirali u krv preko sluznice ili gutanjem putem sline<sup>2-7</sup>.

Slabljenje svojstava ne mora nužno putem otpuštenih tvari dovesti do oštećenja u organizmu, ali i sama promjena mehaničkih i radnih svojstava materijala može uzrokovati neplanirane pretjerane sile koje izazivaju nepoželjne nuspojave terapije<sup>1</sup> ili premale sile koje uopće ne daju učinke terapije ili produžuju trajanje terapije<sup>8,9</sup>. Stoga je iznimno važno provoditi testiranja u okruženju sličnom uvjetima u usnoj šupljini zbog međudjelovanja između poželjnih karakteristika stabilne temperature, tlaka i pH s jedne strane, te utjecaja bakterija, njihovog biofilma i nusprodukata s druge strane, koji remete tu ravnotežu.

## BIOMATERIJALI I BIODOKOMPATIBILNOST

Svaki materijal karakteriziran je skupom svojstava koja ga opisuju te čine pogodnim za određeno polje primjene<sup>10</sup>. Materijali po podrijetlu mogu biti prirodni ili umjetni te raznovrsni (metali i legure, polimeri, keramike, kompoziti, poluvodiči, biomaterijali). Biomaterijali su razne vrste materijala koji se ugrađuju u ljudsko tijelo te moraju biti netoksični, ne smiju korodirati, niti na drugi način reagirati s okolnim tkivom. U međudjelovanju s okolnim tkivom može doći do: a) citotoksičnosti, pri čemu je destruktivno djelovanje vidljivo na razini stanice; b) genotoksičnosti, kod koje je vidljiv štetan utjecaj na genetski materijal i c) reakcija preosjetljivosti, kod kojih dolazi do pretjeranog odgovora imunološkog sustava na strano tijelo. Poželjna svojstva biomaterijala definiraju se pojmom biodokompatibilnosti, tj. sposobnošću materijala da pobudi prikladan biološki odgovor na mjestu primjene<sup>11</sup>. Biodokompa-

tibilnost podrazumijeva harmonično međudjelovanje između domaćina, materijala i očekivane funkcije materijala. Inicijalna biodokompatibilnost može se promijeniti tijekom vremena zbog korozije ili zamora materijala, zatim zbog promjene stanja domaćina (bolest, starenje) ili zbog promjene opterećenja zbog promijenjene funkcije (promjene u okluziji). Iako se svaki materijal odobren za medicinsku upotrebu (npr. oznaka CE na pakiranju, prema europskim standardima) smatra biodokompatibilnim, na kliničaru je da pro-

Biodokompatibilnost podrazumijeva harmoničnu interakciju između domaćina, materijala i očekivane funkcije materijala. Inicijalna biodokompatibilnost može se promijeniti tijekom vremena zbog korozije ili zamora materijala, zatim zbog promjene stanja domaćina (bolest, starenje) ili zbog promjene opterećenja zbog promijenjene funkcije (promjene u okluziji).

cijeni opće i lokalno stanje domaćina te planira poželjno opterećenje tako da postigne sklad između svih čimbenika<sup>11</sup>. Procjena biodokompatibilnosti materijala uključuje više vrsta bioloških testiranja, testiranje fizikalnih svojstava (mehanička, korozivna) i procjenu između rizika i dobiti (engl. *risk-benefit analysis*).

## BIOLOŠKA TESTIRANJA

Biološka testiranja obuhvaćaju testove *in-vitro* (na kulturama stanica), *in-vivo* (na životinjama) i kliničke testove. Testiranja na kulturama stanica dijele se ovisno o vrsti i izvoru testiranih stanica. Primarne kulture stanica rade se od stanica izoliranih iz tkiva (*ex-vivo*) i potom stavljenih u kulturu, a sekundarne kulture nastaju kao supkultura primarne kulture nakon prvog pasaža primarne kulture nakon kojeg mogu ući u ograničen broj dioba. Stanične linije su komercijalno dostupne stanice u kulturi dizajnirane prema specifičnim vrstama tkiva. Transformirane stanične linije su promijenjene kemijskim reagensima ili virusima te se mogu neograničeno dijeliti, komercijalno su dostupne i dizajnirane prema karakteristikama određenog tipa tumorskih stanica. Hibridne stanične linije kreiraju se fuzijom dvaju tipova staničnih linija<sup>13</sup>.

Testiranja na stanicama koriste se za određivanje citotoksičnosti gdje se utvrđuje postotak preživljenja, zatim testiranje atherencije stanica, određivanje slobodnih radikala, test lipidne peroksidacije, testiranje propusnosti stanične membrane, genotoksičnost se određuje Comet-assay testom (fragmentirani DNK), test mikronukleusa i kromosomskih aberacija otkriva strukturne i brojčane kromosomske aberacije<sup>14-16</sup>.

Raniji koncepti su podijelili testiranja na tri razine (nespecifična toksičnost, specifična toksičnost i klinički testovi), kod kojih bi se prešlo na sljedeću razinu testiranja nakon što bi testirani materijal bio zadovoljavajuće ocijenjen na nižoj razini testiranja. Suvremeni koncept testiranja biokompatibilnosti provodi istovremeno testiranja na sve tri razine i cijelo vrijeme tijekom kliničke primjene, jer je primijećeno da iste vrste testiranja (npr. *in-vitro*) mogu biti korištene tijekom početnih faza razvoja novog materijala (kao proba), ali i tijekom kliničke primjene nakon što je primijećen specifični biološki odgovor koji treba dodatno istražiti. Za kliničara je važno zapamtiti da je testiranje biokompatibilnosti trajan proces koji se razvija pomoću iskustava stečenih kliničkom uporabom materijala<sup>11,17,18</sup>.

Najpouzdanije informacije dobivaju se randomiziranim kliničkim pokusom, čija dva dizajna možemo primijeniti u usnoj šupljini: 1. pokus razdijeljenih usta i 2. ukriženi pokus, a oba omogućuju da svaki ispitanik istovremeno bude sam sebi kontrola, čime smanjujemo mogućnost pogreške zbog postizanja istih okolišnih uvjeta<sup>19</sup>. Nedostatak takvih istraživanja su nemogućnost skupljanja ukupne količine nusprodukata degradacije dentalnih materijala zbog gutanja sline i resorpcije preko sluznice, već uzorke skupljamo iz dostupnih ekoloških niša, poput gingivnog cervikalnog fluida, dentalnog biofilma (plaka) i susjednog tkiva<sup>20-22</sup>.

#### STANDARDIZIRANA TESTIRANJA

Nakon intraoralnog starenja poželjno je testirati svojstva upotrijebljenih materijala, što nije praktično za ispune, krunice, dentalne implantate i druge materijale koji se trajno ugrađuju ili oštećuju skidanjem.

Ispitivanje svojstava materijala provodi se prema točno definiranim standardnim protokolima koji

definiraju okolišne uvjete (temperatura, vlažnost, tlak) i način provođenja ispitivanja (fizikalne karakteristike mjernog uređaja), oblik, dimenzije i stanje uzorka, postupak (redosljed, način i brzinu mjerenja), podatke koji se iz ispitivanja mogu izvijestiti (redosljed i način računanja) te referentne vrijednosti koje materijal mora zadovoljiti da bi odgovarao kvaliteti koja se od njega očekuje<sup>23-25</sup>.

Takva standardizirana ispitivanja pouzdano opisuju svojstva materijala te omogućuju usporedbu među materijalima, kao i promjene materijala uzrokovane izlaganjem određenim tvarima (npr. antisepticima) ili okolišnim uvjetima, najčešće promjene pH u ustima. Priznate svjetske norme za mnoge materijale opisane su, primjerice, ISO (engl. *International Standard Association*), DIN (njem. *Deutsche Industrie – Normen*), ASTM (engl. *American Society for Testing Materials*), BS (engl. *British Standards*), GOST (Gosudarstvenie standardi) i drugi.

#### MEHANIČKA SVOJSTVA MATERIJALA

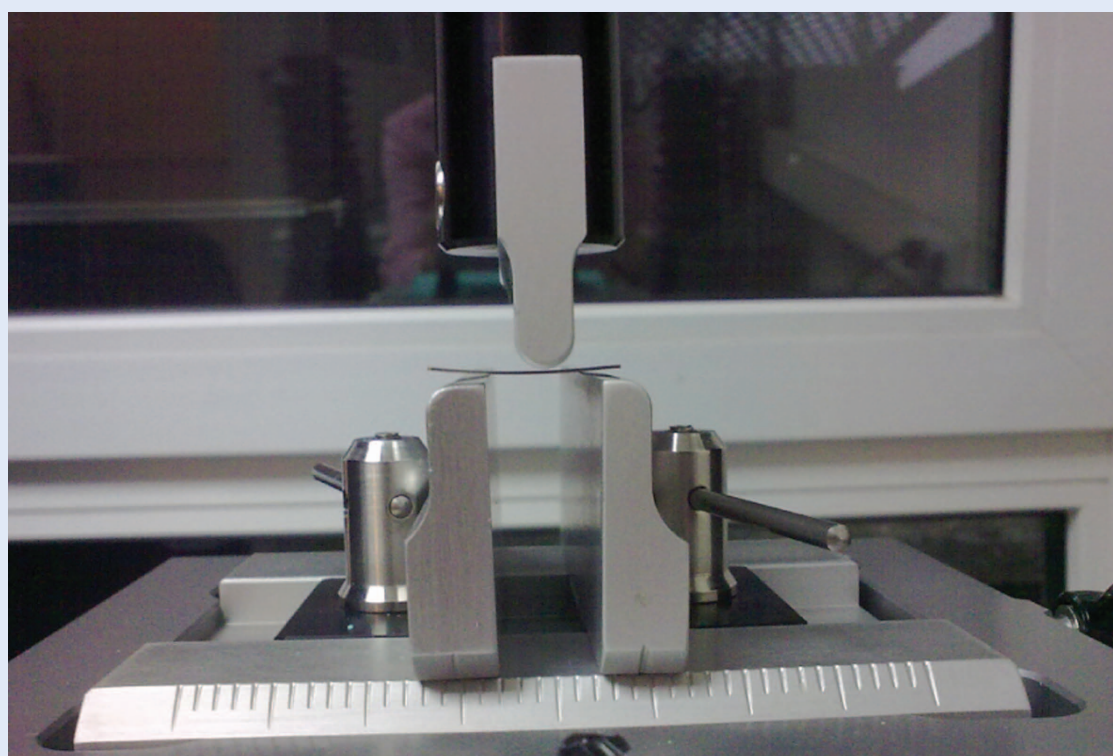
Pobuda, tj. opterećenje na materijal, i odziv, tj. deformacija materijala, međusobno su povezani te opisuju mehanička svojstva nekog materijala. Najznačajnija mehanička svojstva koja opisuju neki materijal su čvrstoća (s podgrupama elastičnost, plastičnost, duktilnost, rastezljivost i žilavost) i tvrdoća.

#### TESTIRANJE ČVRSTOĆE

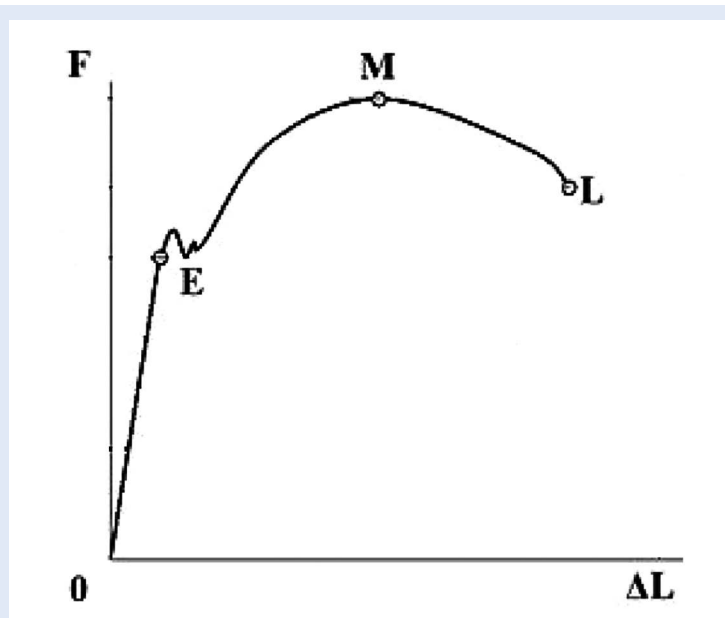
Sva svojstva koja spadaju u grupu čvrstoća uglavnom se provode na univerzalnom stroju za testiranje – kidalici (slika 1), a izvode se prema modelima opterećenja konzole ili grede. Model opterećenja grede može biti s opterećenjem u jednoj ili dvjema točkama<sup>11</sup>. Opterećenje grede u jednoj točki u literaturi se često navodi i pod imenom test savijanja u tri točke<sup>26</sup>. Naziv opisuje uzorak postavljen na oslonac u dvije točke (greda) i silu apliciranu u trećoj točki, koja se nalazi između lateralnih uporišta (slika 2). Dio stroja kojim se aplicira sila na uzorak ima točno kalibriran uteg za opterećenje i opremljen je sensorima koji bilježe odziv testiranog uzorka (prilikom aplikacije sile, te povratno, tijekom odterećenja uzorka). Ovisno o vrsti testiranja, može se mijenjati smjer aplikacije sile (tlak, vlak, uvrtnje), iznos sile, iznos puta



**Slika 1.** Kidalica Texture Analyser TA.HD.plus (Stable Micro Systems, Godalming, Velika Britanija) s priručno izrađenom termalnom komorom na ispitnom dijelu uređaja.



**Slika 2.** Opterećenje na principu grede poduprte dvjema točkama na ispitnom dijelu kidalice Texture Analyser TA.HD.plus (Stable Micro Systems, Godalming, Velika Britanija).



Slika 3. Reprezentativni dijagram naprezanje-deformacija ( $F-\Delta L$ ) – točka E (granica elastičnosti, točka popuštanja), točka L (točka loma), točka M (maksimalna vlačna čvrstoća).

testiranja te brzina izvođena testiranja<sup>27</sup>. Svi navedeni parametri propisani su standardima te ih treba poštovati prilikom izvođenja testiranja, kako bi rezultati bili vjerodostojni, reproducibilni i usporedivi. Krivulja koja se dobiva testiranjem u kidalici za određivanje mehaničkih svojstava zove se krivulja naprezanje-deformacija (slika 3). Ovisno o svojstvima različitih materijala, krivulje mogu biti raznih oblika (slika 4).

Čvrstoću tako definiramo kao svojstvo materijala koje opisuje otpor promjeni oblika pod utjecajem vanjske sile, primjerice rastezanja, sabijanja, izvijanja, uvijanja, rezanja i slično. Stoga razlikujemo čvrstoću na tlak, vlak, izvijanje, savijanje i slično, a mjerne vrijednosti izražavamo kao silu  $F$  (izraženu u N) koju materijal podnosi po jedinici presjeka (izraženo u  $\text{mm}^2$ ,  $\text{m}^2$ ) prije loma.

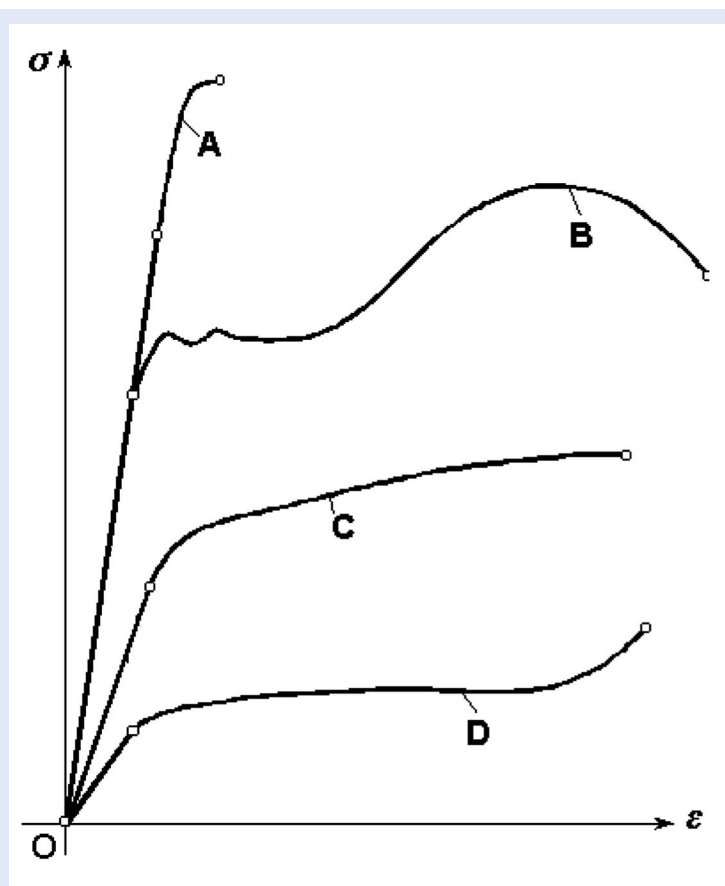
Prekidna čvrstoća opisuje unutarnje naprezanje u materijalu pri sili u trenutku prekida materijala (točka L, slika 3).

Youngov modul elastičnosti ( $E$ ) je omjer napreznja naspram istezanju u području elastične deformacije te opisuje krutost, odnosno otpornost materijala prema elastičnoj deformaciji, a očitava se iz linearnog dijela krivulje naprezanje-deformacija. Što je veći njegov modul elastičnosti, to je materijal krući. Svojstvo suprotno krutosti naziva se podatljivost.

Plastičnost opisuje sklonost materijala trajnoj deformaciji koja se pojavljuje kad se materijal nakon neke točke opterećenja ne vraća više u prvobitno stanje, već se deformira, odnosno postaje plastičan.

Granica popuštanja opisuje materijale kod kojih je prijelaz iz elastičnog u plastično područje postupan, a određuje se iz krivulje naprezanje-deformacija u točki početnog odstupanja od linearosti.

Čvrstoća popuštanja opisuje otpornost materijala na plastičnu deformaciju. Kod nekih materijala prijelaz između elastičnog i plastičnog područja nastupa naglo, ta točka na krivulji naprezanje-deformacija naziva se fenomen točke popuštanja (točka E, slika 3). Nakon popuštanja, naprezanje u materijalu nastavlja plastičnu deformaciju do maksimuma (točka M, slika 3) te zatim opada eventualno do loma (točka L, slika 3). Točka M predstavlja maksimalnu vlačnu čvrstoću.



Slika 4. Reprezentativni dijagrami naprezanje-deformacija ( $F-\Delta L$ ) za različite tipove materijala: A – krhki materijali; B – čvrsti materijali; C – rastezljivi ili duktilni materijali; D – polimerni materijali.

Duktilnost (rastezljivost) materijala je svojstvo podnošenja plastične deformacije bez loma (nema točke L na krivulji naprezanje-deformacija), odnosno sposobnost materijala da apsorbira energiju za vrijeme elastične deformacije, a da kod rasterećenja tu energiju otpusti. Modul rastezljivosti predstavlja energiju utrošenu tijekom naprezanja materijala do čvrstoće popuštanja. Materijali koji ne podnose plastičnu deformaciju prije loma su krti (lomljivi). Neki materijali pod utjecajem snižene temperature gube duktilnost te postaju krti.

Žilavost opisuje sposobnost apsorpcije energije do loma, a ovisi o obliku uzorka i načinu djelovanja sile (statičko, cikličko ili dinamičko), gdje statičkim testiranjem određujemo izdržljivost materijala pri puzanju, a dinamičkim izdržljivost kod zamaranja materijala.

Prema podacima iz krivulje naprezanje-deformacija možemo opisati svojstva materijala (slika 4), Krti materijal (oznaka A) može imati visoko popuštanje, veću maksimalnu vlačnu silu i nižu žilavost nego duktilni (rastezljiv) materijal (oznaka C). Polimerni materijal (oznaka D) ima niski modul elastičnosti, što ga čini podatljivim, dok krivulja oznake B opisuje čvrste, krute i žilave metale koji nisu krti ni podložni puzanju. Graf za pseudoelastične materijale s niskom temperaturom transformacije također opisuje i transformaciju unutar kristalne rešetke između austenične (nastaje pri niskom opterećenju) i martenzične (nastaje pri visokom opterećenju) faze<sup>28</sup>.

Kvantitativna fraktografija koristi se za određivanje porijekla frakture i mogući uzrok neuspjeha restauracije određenom vrstom materijala za restorativne i protetske dentalne nadomjestke. Veličina defekta i otpornost na frakturu promatranog materijala služe za izračun frakturnog stresa<sup>29</sup>.

#### TESTIRANJE TRENJA

Testovi za određivanje trenja provode se također na univerzalnom stroju za testiranje, a ovisno o tome koje kretanje želimo istražiti, slažemo elemente testa. U ortodonciji, primjerice, možemo testirati trenje određenog smjera kretanja žice unutar pasivne konfiguracije bravica (oponašanje translatornog pomicanja zubi prili-

kom zatvaranja ekstrakcijskih prostora) ili kretanje žice po određenoj konfiguraciji bravica (oponašanje horizontalne i vertikalne nivelacije zubnog luka)<sup>30</sup>.

#### TESTIRANJE TVRDOĆE

Tvrdoća opisuje sposobnost otpora prema sabijanju materijala u određenoj točki, odnosno prodiranju drugih tijela. Postoje razni postupci određivanja tvrdoće, čiji je opći princip mjerenje otiska

Ispitivanje svojstava materijala provodi se prema točno definiranim standardnim protokolima koji definiraju okolišne uvjete (temperatura, vlažnost, tlak) i način provođenja ispitivanja (fizikalne karakteristike mjernog uređaja), oblik, dimenzije i stanje uzorka, postupak (redosljed, način i brzinu mjerenja), podatke koji se iz ispitivanja mogu izvjestiti (redosljed i način računanja) te referente vrijednosti.

što ga utiskivač čini u testiranom materijalu normiranom silom. Metode ispitivanja razlikuju se po obliku i sastavu mjernih sondi: kod testiranja po Brinellu ispitna sonda je zakaljena čelična kuglica, po Rockwellu čelična kuglica/dijam. stožac, po Vickersu dijamantna piramida. Na malim uzorcima, kao što su dentalni materijali, površinska tvrdoća (i mikrotvrdoća) određuju se ubodnim testom sondom, a opisuju homogenost promatranog uzorka kroz slojeve od površine prema dubini, obično u intervalima od 0,05 mm (npr. nečistoće i podpovršinska korozija smanjuju tvrdoću do određene dubine)<sup>31</sup>.

#### TESTIRANJE POVRŠINSKE HRPAVOSTI

Parametri površinske hrapavosti opisuju neravnine na površini materijala koje su povezane s načinom proizvodnje, rukovanjem u ordinaciji i korozijom<sup>32</sup>, a ovisno o redu veličine mjere se profilmetrom (red veličine  $\mu\text{m}$ ) ili pomoću mikroskopa atomskih sila (engl. *atomic force microscopy*; AFM) (red veličine  $\text{nm}$ )<sup>33</sup>. Danas se u testiranjima preferiraju neinvazivne optičke metode, koje omogućuju analizu veće površine u tri dimenzije (nasuprot linearnom prikazu profilmetrom).

### TESTIRANJE ADHEZIJE MATERIJALA

Pri proučavanju načina svezivanja materijala s baznom površinom (npr. adheziv na caklinu zuba) važna svojstva su površinska energija (energija potrebna za stvaranje određene ravnomjerne jedinice površine materijala) i površinska napetost (sila potrebna za produljenje površine materijala za određeni iznos)<sup>11</sup>. Sposobnost tekućeg materijala da se veže za kruti opisuje se pomoću kontaktnog kuta između tekućine i krute podloge (engl. *wettability*), a brzina penetracije tekućine u pore krute podloge osim toga ovisi i o viskoznosti tekućine<sup>34</sup>. Sila svezivanja između adheziva i podloge mjeri se također na kidalici vlačnim testiranjem i smicanjem<sup>35</sup>.

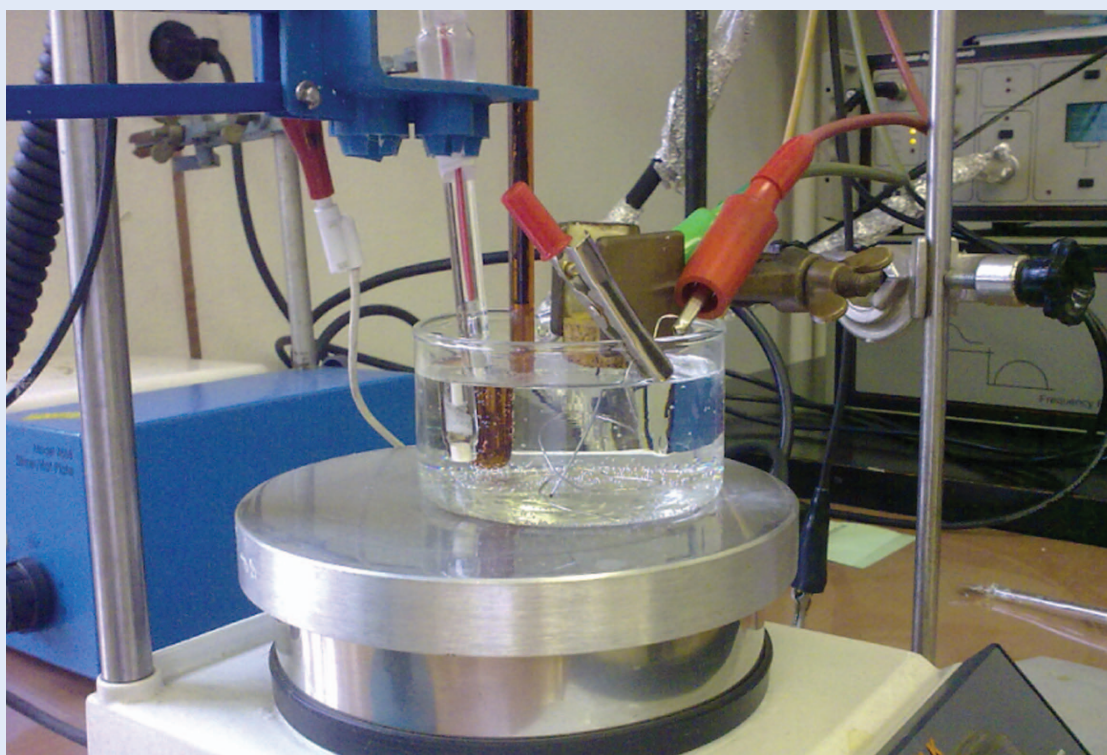
### KOROZIJSKA TESTIRANJA

Korozija je kemijski proces nenamjernog štetnog i nepoželjnog trošenja materijala pod utjecajem okolišnih (fizikalnih, kemijskih ili bioloških) čimbenika, čime su narušena i uporabna svojstva materijala<sup>36</sup>. Prema geometrijskom obliku razaranja postoji opća, lokalizirana i selektivna korozija.

Lokalizirana korozija može biti pjegasta, rupičasta (engl. *pitting*), površinska i kontaktna (galvanska i korozija u procjepu). Galvanska korozija nastaje između dva metala smještena u elektrolit, pri čemu manje plemenit metal postaje pretežno (ili u cijelosti) anoda i korodira brzinom većom od one kojom bi korodirao da nije spojen u galvanski članak, dok plemenitiji metal postaje pretežno (ili u cijelosti) katoda i korodira manjom brzinom nego da nije spojen u galvanski članak<sup>37</sup>.

Selektivna korozija može biti interkristalna i napeptosna. Više oblika korozije može se pojaviti istodobno, a ovisno o vrsti materijala provodi se različita antikorozijska zaštita dodavanjem zaštitnih prevlaka ili dodavanjem inhibitora korozije.

Elektrokemijska testiranja provode se radi proučavanja korozijskih procesa različitih materijala u ljudskom tijelu, jer je međudjelovanje između materijala i domaćina zapravo elektrokemijski proces<sup>36</sup>. Gustoća korozijske struje, korozijski potencijal, potencijal popuštanja i potencijal repasivacije mogu se kvantificirati iz testiranja cikličkom polarizacijom, a impedacijski modus iz elektrokemijske impedancijske spektroskopije. Gustoća ko-



**Slika 5.** Elektrokemijsko testiranje za određivanje otpornosti na koroziju pomoću triju elektrodnih ćelija spojenih na potenciostat Princeton Applied Research 263A (Ametek, Oak Ridge, SAD) i detektor frekvencije odgovora Princeton Applied Research 1025 (Ametek, Oak Ridge, SAD).

rozijske struje proporcionalna je brzini korozije testiranog materijala, a korozijski potencijal, potencijal popuštanja i potencijal repasivacije opisuju otpornost testiranog materijala na lokaliziranu koroziju. Korozijska testiranja provode se s tri elektrodne ćelije spojene na potencijostat i detektor frekvencije odgovora (slika 5). Elektrokemijska impedancijska spektroskopija preko impedancijskog modusa daje podatke o brzini korozije i objašnjava mehanizme samozaštite materijala stvaranjem oksidnog sloja te stupanj postojanosti zaštite. Testiranja se provode u uvjetima promijenjenog pH ili dodatnih sredstava poput oralnih antiseptika koji se koriste kao pomoćno sredstvo s lokalnim učinkom u terapiji<sup>38</sup>.

### KEMIJSKE ANALIZE MATERIJALA

Kemijske analize materijala provode se za svaki materijal prije i nakon izlaganja nekom eksperimentalnom uvjetu da bismo utvrdili stupanj promjene kemijskog sastava uzrokovan korozijom ili drugim oštećenjem materijala.

Analiza kemijskog sastava površine materijala može varirati od < 0.1 nm pa sve do nekoliko  $\mu\text{m}$ , ovisno o veličini ispitivanog uzorka i veličini ispitne sonde, a ovisno o vrsti testiranja može se dobiti i slika površinskih struktura, strukturni raspored unutar materijala ili molekularni oblik sastava, primjerice postojanje oksida, kelata i slično.

Često korištena brza i jednostavna metoda za određivanje nominalnog kemijskog sastava površine su energijski razlučujuća (disperzivna) spektrometrija (engl. *energy dispersive spectrometry*; EDS) i rendgenska fluorescencija (engl. *x-ray fluorescence*; XRF) spektroskopija koje omogućuje određivanje molekularnog oblika sastava<sup>11</sup>. Razvoj tehnologije omogućio je razvoj XRF mikroanalize, koja je naročito prikladna za promatranje bioloških hidratiziranih uzoraka. Rendgenska difrakcija (engl. *x-ray diffraction*; XRD) omogućuje promatranje strukture materijala (prikaz kristalne rešetke), kao i diferencijska pretražna (skenirajuća) kalorimetrija (engl. *differential scanning calorimetry*; DSC), koja pritom prati promjene u strukturi izazvane promjenom temperature<sup>39</sup>. Spektroskopija rendgenskim fotoelektronima (engl. *x-ray photoelectron spectroscopy*; XPS) je tehnika analize površine, koja omogućuje određi-

vanje biokompatibilnosti površine promatranog materijala<sup>40</sup>. Infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom (engl. *Fourier transform infrared*; FTIR) koristi se za promatranje stupnja konverzije dimetakrilata u dentalnim smolama, stupnja vezanja kiseline i baze u staklo-ionomerima i njihovim modifikacijama te utjecaj različitih kondicionera na molekularni sastav dentina<sup>41</sup>.

Kemijski sastav cijelog uzorka poznate veličine i mase može se odrediti atomskom apsorpcijskom spektroskopijom (engl. *atomic absorption spectroscopy*; AAS), pri čemu se uzorak uspoređuje s poznatim valnim duljinama svjetla koje određeni element apsorbira.

### KVALITATIVNA ANALIZA POVRŠINE

Kvalitativna analiza površine može se promatrati optičkim ili elektronskim mikroskopom, pri čemu se mogu zabilježiti promjene nastale nakon izloženosti nekom promijenjenom uvjetu (pH, dodatak pomoćnog sredstva). Bitno je opisati raspored, veličinu i brojnost primijećenih defekata površine. Granica razlučivosti elektronskog mikroskopa je oko 0,1 – 0,2 nm (2 nm za biološke uzorke) u usporedbi s oko 200 – 350 nm kod svjetlosnog mikroskopa. Elektronskim mikroskopom se mogu dobiti bolje slike površine (postignuta je dubina promatranog polja, zbog skeniranja i detekcije sekundarnih elektrona), a tehnikom povratno raspršenih elektrona (engl. *back-scattered electrons*; BSE) bolje se prikazuje kontrast između područja različitog kemijskog sastava<sup>11</sup>.

### ISPITIVANJE OPTIČKIH SVOJSTAVA

Za materijale koji se ugrađuju na vidljiva mjesta potrebno je spektrofotometrijski ispitati i postojanost boje i optička svojstva translucencije i opalescencije<sup>42</sup>, kako prilikom testiranja novog materijala, tako i prilikom otpornosti na vanjske utjecaje tijekom primjene (promjena temperature, obojana hrana, pušenje, erozivni obojeni napitci).

### ISPITIVANJE TERMALNIH SVOJSTAVA

Termomehanička analiza ispituje svojstva materijala i kako se ona mijenjaju promjenom temperature, metoda mjerenja je termodilatometrija. Inkompatibilnost materijala zbog različitih koeficijenata termalne kontrakcije i ekspanzije ispituje



se optičkim dilatometrom. Test termalnog šoka koristi se i za određivanje relativnog nivoa rezidualnog stresa, koji nastaje zbog razlike između termalne kontrakcije različitih materijala. Takva istraživanja su važna i tijekom izrade višekomponentnih protetskih nadomjestaka, kao i kod dentalnih materijala kod kojih promjena temperature mijenja radne karakteristike, kao što je to slučaj kod termoaktivirajuće ortodontske žice<sup>43</sup>.

#### FOTOELASTIČNA ANALIZA STRESA

Fotoelastičnost opisuje kvalitetu, količinu i raspodjelu sila u promatranom objektu u nizu boja odijeljenih po izokromatskim slojevima, gdje ista boja označava istu silu. Broj slojeva ukazuje na opseg pritiska i naprezanja, a što su slojevi gušći tj. bliže jedan drugome, to je pritisak u tom području veće koncentracije. Kružni polariskop skuplja podatke o pritisku i naprezanju u tri dimenzije, koji se bilježe digitalnom kamerom.<sup>44</sup>

#### POUZDANOST REZULTATA

Pouzdaniji rezultati dobivaju se upotrebom nekoliko različitih načina testiranja za opisivanje istih svojstava. Potrebno je otkriti i kvantificirati pogrešku mjerenja, nastojati smanjiti slučajnu pogrešku i ukloniti sistemsku pogrešku<sup>45</sup>. Testiranja treba provoditi na slučajnom uzorku, u više paralelnih uzoraka i ponoviti, veličina uzorka procjenjuje se analizom snage testiranja prema prethodnim i pilot testiranjima, a neočekivanu varijabilnost treba prevladati povećanjem veličine uzorka. Nadalje, potrebno je baždariti mjerne instrumente, testirati reproducibilnost istraživača te podudaranje između istraživača<sup>46-48</sup>. Rezultati eksperimentalnih uvjeta uspoređuju se s pozitivnom (sigurno izaziva promatrani učinak), negativnom (ne sadrži aktivnu tvar, čiji učinak promatramo) i apsolutnom (koja sigurno ne izaziva nikakav učinak) kontrolom<sup>49,50</sup>.

Potpuni testovi simuliraju što je moguće vjernije geometriju i opterećenje stvarne strukture<sup>51,52</sup>. Ako se mogu postići simulirani uvjeti promatrane dentalne strukture, testiranje se smatra strukturno reprezentativno<sup>53</sup>. Čak i u idealnim uvjetima nemoguće je obuhvatiti sva stanja u jednom testiranju, pa se testiranje provodi u idealno najgorim i najboljim uvjetima. Takvi uvjeti istraživanja

mogu obuhvaćati: 1. erozivnu, izrazito kiselu okolinu nasuprot neutralnom pH ili bazičnoj otopini; 2. vertikalno opterećenje nasuprot horizontalnom i kosom; 3. glatku površinu nasuprot promijenjenoj itd.

#### MATEMATIČKI MODELI

Prediktivni potencijal kompjutorskog modeliranja za mehaničko i strukturno ponašanje mogu analizirati mnogo različitih stanja i geometrijskih karakteristika, te se mogu koristiti kao nadopuna klasičnom rutinskom testiranju zamora materijala<sup>54,55</sup>. Različiti matematički modeli koriste se za predviđanja određenih stanja i uvjeta; najčešće korištena je metoda konačnih elemenata, a u novije vrijeme za biološke modele se koristi i *meshless* metoda<sup>56</sup>. Ipak, klinički rezultati mogu biti različiti zbog različitih faktora koji se ne mogu uključiti u računalnu analizu, kao što su karijes zuba nosača, trauma i rezidualni stres izazvan inkompatibilnošću. Prediktivni potencijal matematičkih modela (metoda konačnih elemenata, *meshless* metoda) omogućuje usporedbu s testiranjem za dobivanje boljih zaključaka i stvaranje kompjutorskih programa čije simulacije olakšavaju svakodnevni rad.

#### ZAKLJUČAK

Zaključno, testiranje materijala za upotrebu u dentalnoj medicini mora se provoditi opsežno i kontinuirano, a osim općenitih zahtjeva koje moraju zadovoljiti, svaki materijal ima i specifične zahtjeve, prema funkciji koju obavlja, mjestu primjene i mjestu kontakta s okolnim tkivom. Testiranje je potrebno provoditi prema međunarodno prihvaćenim normama, a svaku klinički primijećenu promjenu u slabljenju svojstava i funkcije materijala te reakcije pacijenata potrebno je registrirati, obnoviti i nadomjestiti, kako bi se očuvala biokompatibilnost materijala. Nove tehnologije, znanstveni napredak i komercijalna isplativost omogućuju stalni razvoj novih materijala i postupaka u dentalnoj medicini, čija je nezavisna evaluacija standardiziranim testiranjima neophodna i kontinuirano potrebna.

**Izjava o sukobu interesa:** autori izjavljuju da ne postoji sukob interesa.

## LITERATURA

1. Porter JA, von Fraunhofer JA. Success or failure of dental implants? A literature review with treatment considerations. *Gen Dent* 2005;53:423–32.
2. Rojas E, Herrera L, Poirier L, Ostrosky-Wegman P. Are metals dietary carcinogens? *Mutat Res* 1999;443:157–81.
3. Schmalz G, Garhammer P. Biological interactions of dental cast alloys with oral tissues. *Dent Mater* 2002;18:396–406.
4. Setcos J, Babaei-Mahanib A, Di Silvio L, Mjeord I, Wilson N. The safety of nickel containing dental alloys. *Dent Mater* 2006;22:1163–8.
5. Henderson RG, Durando J, Oller AR, Merkel DJ, Marone PA, Bates HK. Acute oral toxicity of nickel compounds. *Regul Toxicol Pharmacol* 2012;62:425–32.
6. Mikulewicz M, Chojnacka K. Trace metal release from orthodontic appliances by in vivo studies: a systematic literature review. *Biol Trace Elem Res* 2010;137:127–38.
7. Mikulewicz M, Chojnacka K. Trace metal release from orthodontic appliances by in vitro studies: a systematic literature review. *Biol Trace Elem Res* 2010;139:241–56.
8. Walker MP, White RJ, Kula KS. Effect of fluoride prophylactic agents on the mechanical properties of nickel-titanium-based orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2005;127:662–9.
9. Kaneko K, Yokoyama K, Moriyama K, Asaoka K, Sakai J. Degradation in performance of orthodontic wires caused by hydrogen absorption during short-term immersion in 2.0 % acidulated phosphate fluoride solution. *Angle Orthod* 2004;74:487–95.
10. Temenoff JS, Mikos AG. *Biomaterials: The Intersection of Biology and Materials Science*. New Jersey: Pearson Prentice Hall, 2008;152.
11. Brantley WA, Eliades T. *Orthodontic materials*. New York: Thieme, 2001;8–297.
12. Eliades T, Bourauel C. Intraoral aging of orthodontic materials: the picture we miss and its clinical relevance. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2005;127:403–12.
13. Alberts B, Johnson A, Lewis J, Raff M, Roberts K, Walter P. *Molecular biology of the cell*, 4th edition [Internet]. New York: Garland Science, 2002 [cited 2014 Feb 7]. Available from: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK26851/>.
14. Spalj S, Mlacovic Zrinski M, Tudor Spalj V, Ivankovic Buljan Z. In-vitro assessment of oxidative stress generated by orthodontic archwires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2012;141:583–9.
15. Faccioni F, Franceschetti P, Cerpelloni M, Fracasso M. In vivo study on metal release from fixed orthodontic appliances and DNA damage in oral mucosa cells. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2003;124:687–94.
16. Garhammer P, Schmalz G, Hiller KA, Reitingner T. Metal content of biopsies adjacent to dental cast alloys. *Clin Oral Invest* 2003;7:92–7.
17. Wataha J. Biocompatibility of dental casting alloys: a review. *J Prosthet Dent* 2000;83:223–34.
18. Williams DF. On the mechanisms of biocompatibility. *Biomaterials* 2008;29:2941–53.
19. Chattopadhyay A. *Oral health epidemiology: principles and practice*. Sudbury: Jones and Bartlett Publishers, 2011;22–49.
20. Franceschetti P, Cerpelloni M, Fracasso M. In vivo study on metal release from fixed orthodontic appliances and DNA damage in oral mucosa cells. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2003;124:687–94.
21. Garhammer P, Schmalz G, Hiller KA, Reitingner T. Metal content of biopsies adjacent to dental cast alloys. *Clin Oral Invest* 2003;7:92–7.
22. Amini F, Farahani A, Jafari A, Rabbani M. In vivo study of metal content of oral mucosa cells in patients with and without fixed orthodontic appliances. *Orthod Craniofac Res* 2008;11:51–6.
23. American Society for Testing and Materials. D790-10. Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials. West Conshohocken: American Society for Testing and Materials, 2010.
24. American National Standard/American Dental Association. Specification No.32. Orthodontic wires. Chicago, Ill: American Dental Association, Council on Scientific Affairs, 2000.
25. ISO 4287. Geometric Product Specification (GPS) — Surface texture: profile method—terms, definitions and surface texture parameters. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization, 1997.
26. Alfirević I. *Nauka o čvrstoći I*. Zagreb: Tehnička knjiga, 1989;89–98.
27. Katić V, Špalj S, Leder Horina J, Vikić-Topić D. Impact of fluoride agents on mechanical properties of orthodontic wires. In: Natal Jorge RM, Reis Campos JC, Tavares JMRS, Vaz MAP, Santos SM (eds). *Biodental Engineering II*. Leiden: CRC Press, 2014;39–43.
28. Liaw YC, Su YYM, Lai YL, Lee SY. Stiffness and frictional resistance of a superelastic nickel-titanium orthodontic wire with low-stress hysteresis. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2007;131:12–8.
29. Anusavice KJ, Kakar K, Ferree N. Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses? *Clin Oral Implants Res* 2008;19:326–8.
30. Wichelhaus A, Geserick M, Hibst R, Sander FG. The effect of surface treatment and clinical use on friction in NiTi orthodontic wires. *Dent Mater* 2005;21:938–45.
31. Gioka C, Bourauel C, Zinelis S, Eliades T, Silikas N, Eliades G. Titanium orthodontic brackets: structure, composition, hardness and ionic release. *Dent Mater* 2004;20:693–700.
32. Huang H. Surface characterizations and corrosion resistance of nickel–titanium orthodontic archwires in artificial saliva of various degrees of acidity. *J Biomed Mater Res A* 2005;74:629–39.
33. Huang HH. Variation in surface topography of different NiTi orthodontic archwires in various commercial fluoride-containing environments. *Dent Mater* 2007;23:24–33.
34. Leal-Egaña A, Díaz-Cuenca A, Boccaccini AR. Tuning of cell-biomaterial anchorage for tissue regeneration. *Adv Mater* 2013;25:4049–57.
35. Han IH, Kang DW, Chung CH, Choe HC, Son MK. Effect of various intraoral repair systems on the shear bond strength of composite resin to zirconia. *J Adv Prosthodont* 2013;5:248–55.
36. Upadhyay D, Panchal MA, Dubey RS, Srivastava VK. Corrosion of alloys used in dentistry: A review. *Mat Sci Eng A* 2006;432:1–11.

37. Zohdi H, Emami M, Shahverdi HR. Galvanic corrosion behavior of dental alloys. *In: Valdez B (ed.) Environmental and industrial corrosion – practical and theoretical aspects* [Internet]. InTech, 2012 [cited 2014 Feb 7]. Available from: <http://www.intechopen.com/books/environmental-and-industrial-corrosion-practical-and-theoretical-aspects/galvanic-corrosion-behavior-of-dental-alloys>.
38. Iijima M, Yuasa T, Endo K, Muguruma T, Ohno H, Mizoguchi I. Corrosion behavior of ion implanted nickel-titanium orthodontic wire in fluoride mouth rinse solutions. *Dent Mater J* 2010;29:53-8.
39. Segal N, Hell J, Berzins DW. Influence of stress and phase on corrosion of a superelastic nickel-titanium orthodontic wire. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2009;135: 764-70.
40. Eliades G, Palaghias G, Vougiouklakis G. Effect of acidic conditioners on dentin morphology, molecular composition and collagen conformation in situ. *Dent Mater* 1997;13:24-33.
41. Rahiotis C, Patsouri K, Silikas N, Kakaboura A. Curing efficiency of high-intensity light-emitting diode (LED) devices. *J Oral Sci* 2010;52:187-95.
42. Barão VA, Gennari-Filho H, Goiato MC, dos Santos DM, Pesqueira AA. Factors to achieve aesthetics in all-ceramic restorations. *J Craniofac Surg* 2010;21:2007-12.
43. Anusavice KJ, Ringle RD, Morse PK, Fairhurst CW, King GE. A Thermal Shock Test for Porcelain-Metal Systems. *J Dent Res* 1981;60:1686-91.
44. Çehreli S, Arman Özçırpıcı A, Yılmaz A. Tilted orthodontic micro implants: a photoelastic stress analysis. *Eur J Orthod* 2013;35:563-7.
45. Kolčić I. Pogrješke u istraživanjima. *In: Kolčić I, Vorko-Jović A (eds). Epidemiologija*. Zagreb: Medicinska naklada, 2012;146-60.
46. Landis JR, Koch GG. The measurement of observer agreement for categorical data. *Biometrics* 1977;33:159-74.
47. Bland JM, Altman DG. Statistics notes: measurement error. *Brit Med J* 1996;313:744.
48. De Vet HC, Terwee CB, Knol DL, Bouter LM. When to use agreement versus reliability measures. *J Clin Epidemiol* 2006;59:1033-9.
49. Donatelli RE, Lee SJ. How to report reliability in orthodontic research: part 1. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2013;144:156-61.
50. Donatelli RE, Lee SJ. How to report reliability in orthodontic research: part 2. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2013;144:315-8.
51. Hicel R, Roulet JF, Bayne S, Heintze SD, Mjör IA, Peters M et al. Recommendations for conducting controlled clinical studies of dental restorative materials. *J Adhes Dent* 2007;9:546.
52. Anusavice KJ, Kakar K, Ferree N. Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses? *Clin Oral Impl Res* 2007;18:218-31.
53. Katić V, Špalj S, Opalić M, Domitran Z. Design of orthodontic mini-implants contributing to implantation torque. *In: Natal Jorge RM, Reis Campos JC, Tavares JMRS, Vaz MAP, Santos SM (eds). Biodental Engineering II*. Leiden: CRC Press, 2014;29-33.
54. Garitaonandia U, Alcaraz JL. Finite element analysis applied to a dental implant-supported structure. *In: Natal Jorge RM, Reis Campos JC, Tavares JMRS, Vaz MAP, Santos SM (eds). Biodental Engineering II*. Leiden: CRC Press, 2014;25-8.
55. Fonseca EMM, Magalhaes K, Fernandes MG, Barbosa MP, Sousa G. Numerical model of thermal necrosis due a dental drilling process. *In: Natal Jorge RM, Reis Campos JC, Tavares JMRS, Vaz MAP, Santos SM (eds). Biodental Engineering II*. Leiden: CRC Press, 2014; 69-73.
56. Belinha J, Natal Jorge RM. Mandible bone tissue remodelling analysis using a new numerical approach. *In: Natal Jorge RM, Reis Campos JC, Tavares JMRS, Vaz MAP, Santos SM (eds). Biodental Engineering II*. Leiden: CRC Press, 2014;151-7.