



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

DETERMINACIÓN DE RADIOPACIDAD EN
RESINAS COMPUESTAS, VARIANDO TIEMPOS
DE REVELADO, FIJADO Y EXPOSICIÓN A LA
RADIACIÓN

T E S I N A

Que para obtener el Título de:

CIRUJANO DENTISTA

Presenta:

MARIBEL SERRANO ESTRADA

DIRECTOR

C.D.M.O. ROSA MARIA MERINO RAMOS

A handwritten signature in black ink, likely belonging to Rosa María Merino Ramos.



MÉXICO, D.F.

2004.



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



AGRADECIMIENTOS

Mama, tu apoyo incondicional y tu amor desinteresado es lo más valioso que se me ha otorgado, eres una persona a la que admiro, te agradezco haberme permitido ser tu hija.

ALFREDO DE LA ROSA, los tiempos y las circunstancias cambian, tu apoyo como padre ha sido muy valioso para mí, te lo agradezco infinitamente.

NORMA. Gracias por ayudarme a alcanzar mis metas. Eres una gran hermana.

LUCERO, eres una persona maravillosa, te quiero mucho y siempre contarás con migo gracias por tu apoyo.

SONIA, gracias por ser como eres.

A MIS AMIGOS: GINA, CINTYA, PAO, ENRIQUE, LUIS, gracias por su apoyo y compañía en diversas ocasiones y circunstancias

PACO, tu amistad es muy significativa para mí, eres una gran persona y un amigo incondicional te quiero mucho, gracias por permitirme contar siempre contigo.



Dra. Rosa Maria, No hay forma de agradecerle la gran ayuda y el tiempo que me dio para realizar mi tesina, es usted una gran persona y una excelente maestra. Gracias.

A LOS MAESTROS, CARLOS MORALES ZAVALA, JORGE GUERRERO IBARRA. Gracias por la enseñanza y la ayuda que me dieron durante el seminario y en el laboratorio.

AL MAESTRO JAIME GONZÁLEZ OREA, le agradezco su enseñanza y el interés hacia sus alumnos durante el seminario.

AL DR. FEDERICO BARCELÒ SANTANA. Gracias por haberme brindado la oportunidad de concluir mi trabajo de investigación y por el apoyo para realizarla.



GABRIEL, Me siento muy contenta de estar con alguien como tu durante el logro de una de mis metas mas importantes. Gracias.

RODO, Claro que no me olvido de tus muchas ayudas y tu compañía muchas gracias primo.

DOCTOR MEMO, Es usted una excelente persona gracias por sus consejos y su amistad.



ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN.....	1
2. ANTECEDENTES.....	3
2.1 RADIOPACIDAD.....	4
2.2 NORMA ADA No. 27.....	8
2.3 NORMA ISO No. 4049.....	10
3. DESCRIPCIÓN DE LAS RESINAS UTILIZADAS.....	17
3.1 RESINA FLUIDA FILTEK FLOW	17
3.2 RESINA UNIVERSAL FILTEK Z-250.....	18
3.3 RESINA PARA DIENTES POSTERIORES MIRAFIL H	19
3.4 RESINA PARA DIENTES POSTERIORES GLACIER.....	20
3.5 RESINA PARA BORDES INCISALES MIRAFIL HLI.....	21
4. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	22
5. JUSTIFICACIÓN	23
6. HIPÓTESIS	24
7. OBJETIVOS GENERALES.....	25
8. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	26
9. CRITERIOS DE INCLUSIÓN.....	27
10. CRITERIOS DE EXCLUSIÓN.....	27
11. TIPO DE ESTUDIO.....	28
12. VARIABLES.....	28
13. MATERIALES	29



14. EQUIPO	30
15. MÉTODO.....	31
16. RESULTADOS	35
17. DISCUSIÓN	42
18. CONCLUSIONES	45
19. REFERENCIAS.....	46
20. ANEXOS	48



INTRODUCCIÓN

Las resinas compuestas son los materiales de restauración dental que han tenido mayor desarrollo y cambios notables desde su aparición hasta el momento. Se utilizan con mayor frecuencia, por su estética, pero también se les atribuyen otras características como son su fácil manipulación, relativa rapidez en el tiempo de trabajo y costo accesible.

Para poder determinar las propiedades físicas y mecánicas de las resinas compuestas se realizan diversas pruebas establecidas en la Norma de la Organización de Estándares Internacionales ISO # 4049 y en la Norma de la Asociación Dental Americana en la especificación # 27.

Dentro de las propiedades físicas de las resinas compuestas, la radiopacidad es una que tiene suma importancia clínica, ya que es importante diferenciar radiográficamente una resina del diente para detectar defectos en las restauraciones como en los dientes. Para realizar esta prueba se utiliza la norma ISO # 4049 que requiere de un protocolo complicado, y la Norma ADA # 27 que es un poco más sencilla de realizar, y que se utilizó en este estudio, para la valoración de la radiopacidad de algunas resinas compuestas disponibles en el mercado.



Asimismo se determinaron las variaciones en la radiopacidad alterando los tiempos de exposición a los rayos X, los tiempos de revelado y fijado de las radiografías.

Se encontró que estadísticamente no hay diferencias significativas al variar los tiempos citados anteriormente.



ANTECEDENTES

Los materiales permanentes que se utilizan para la restauración dental del paciente, son diversos, aunque actualmente existe una tendencia cada vez mayor a utilizar materiales estéticos, específicamente resinas.

Las resinas para uso dental son polímeros que han tenido una rápida evolución en la industria, con el propósito de obtener un material apropiado para utilizarse con buen pronóstico a largo plazo en boca, por ello se ha buscado mejorar sus propiedades físicas y mecánicas; y con gran rapidez se desarrollan nuevos productos, formas de presentación y cambios en su composición.

Las resinas acrílicas de activación química para uso dental, se desarrollaron a finales de los años cuarenta y principio de los cincuenta; estaban compuestas básicamente por metacrilatos. Se comenzaron a utilizar como materiales de restauración porque se les reconocieron características de insolubilidad, estética, no deshidratación, economía y facilidad de manejo; sin embargo entre sus características también estaba una alta contracción de polimerización, elevado coeficiente de expansión térmica, baja velocidad de curado y decoloración, por lo que posteriormente se agregaron partículas inertes como relleno, que como no tenían enlace químico con la matriz presentaban defectos microscópicos entre las partículas retenidas mecánicamente y la resina, manchando los dientes por la filtración de fluidos, asimismo tenían poca resistencia a la compresión.



En principio las resinas para restauraciones dentales tuvieron muchas limitaciones para utilizarse a causa de 3 grandes fuerzas destructivas, la humedad del medio bucal, la contracción y el desgaste por el uso, características comunes de las primeras resinas con las que era difícil restaurar cavidades de gran tamaño ya que provocaban mal sellado marginal, absorbían considerable cantidad de agua y presentaban alta rugosidad en la superficie (1).

El mayor avance con las resinas ocurrió cuando Ralph Bowen miembro del *Nacional Bureau of Standards*, desarrolló en 1962 el Bisfenol A diglicil metacrilato mejor conocido como Bis-Gma que básicamente está formada por dos moléculas de glicidil metacrilato (GMA) ó "dimetacrilato", unidas por una molécula de bisfenol-A (BIS) que es una molécula menos hidrofílica que las resinas de metacrilato (2).

En 1983 Lutz definió los materiales de restauración basados en resina como una combinación tridimensional de al menos dos materiales químicamente diferentes con interfase diferente y estableció que generalmente una resina dental se compone de tres fases: a) la fase orgánica (matriz), b) la fase interfacial (los agentes de acoplamiento) y c) la fase dispersa (el relleno) (3).



Cuando las partículas de relleno se cubrieron con silano que actuó como agente de unión entre éstas y la matriz orgánica, se logró un enlace químico con la resina (9).

En los últimos 30 años desde que Bowen desarrolló el Bis GMA en realidad no han existido cambios substanciales, sin embargo en 1998 se desarrolló la tecnología Ormocer (Definite, Degussa, Alemania), que significa cerámicas modificadas orgánicamente, y se caracterizan por copolímeros orgánicos-inorgánicos de manera que permiten la modificación de los parámetros mecánicos para manipularse como una resina dental híbrida (4).

RADIOPACIDAD

Desde 1981, el *Council of Dental Materials, Instruments & Equipment* de la Asociación Dental Americana, recomendó que los materiales de restauración deben ser radiopacos, por lo que en 1983 a través de la norma ISO: DP4049, se incorporó este requisito a los estándares de resinas dentales; desde entonces se ha establecido que una restauración radiopaca es favorable, sin embargo la mejor radiopacidad es aquella que excede ligeramente la del esmalte (6,7).



La radiopacidad es una de las características físicas distintivas de las resinas, ya que su importancia clínica está en detectar caries recurrente, huecos o vacíos, localización de la pulpa, excedentes gingivales y escalones.

Es la proporción de la densidad óptica de la muestra de resina en comparación con una muestra de aluminio. Si el valor de la radiopacidad obtenido es igual o mayor al valor equivalente a 1mm de aluminio el material cumple con el requisito que establece el apartado 5.5 de la Norma ISO 4049 y el apartado 4.5 de la Norma # 27 ADA (10).

La densidad óptica se mide con un densitómetro; la medición se hace comparando en la misma radiografía, la densidad óptica de la resina y del aluminio. La menor cifra obtenida en el densitómetro, será la que tenga mayor radiopacidad.

El grado de radiopacidad de la resina es controlado por el fabricante a través de la selección de la matriz del polímero, la naturaleza química de las partículas de relleno, así como su tamaño, densidad y nivel de adición.

También se recomienda que en el caso de que la resina no tenga la radiopacidad deseada, se evite su utilización en cavidades de clase II, donde debe verse con claridad la posibilidad de caries reincidente (5).



La importancia de la radiopacidad de una resina establecido en el Council of Dental Materials, Instruments & Equipment de la Asociación Dental Americana es que permite se pueda distinguir, a pesar del material restaurativo; caries, los contornos de la restauración, sobrestensiones, burbujas y el material utilizado como base (18).

La radiopacidad de un diente humano de acuerdo a Williams y Billington, varía considerablemente dependiendo del individuo y de su edad, establecieron que 1 mm de esmalte humano tiene la radiopacidad equivalente al grosor de 1.3 – 2.4 mm de aluminio y 1 mm de dentina equivale de 0.6 – 1.8 mm de grosor del aluminio (7).

En general se podría decir que la dentina tiene una radiopacidad equivalente a una hoja de aluminio de 2 mm de grosor y que el esmalte es más radiopaco, aproximadamente el doble que un disco de aluminio de 99.5% de pureza, por lo que el disco de aluminio al tomar la radiografía debe tener el doble de grosor que el del disco de resina. (7,8,5).

Los óxidos como el BaO (óxido de bario), ZrO₂ (óxido de Zirconio) y Yb₂O₃ (óxido de iterbio) son los que dan radiopacidad a las resinas y ésta es proporcional al cantidad de oxidos, también se recomienda el relleno de nanopátículas de Ta₂O₅ (óxido de tálio) para obtener una radiopacidad adecuada, porque la sílica es radiopaca, sin embargo, debe ser reforzada con cristales metálicos para conseguir la radiopacidad adecuada (8).



De acuerdo a Chan (1999), la radiopacidad permite distinguir los materiales utilizados como base de la cavidad y contactos con los dientes adyacentes, cuestiona que tan radiopaco debe ser el material de restauración para utilidad diagnóstica, y establece que la radiopacidad se determina en comparación con el esmalte, dentina o aluminio, en su artículo cita a Van Dijken que demostró que la radiopacidad de la dentina es aproximadamente equivalente a la del mismo grosor de aluminio, y la del esmalte es aproximadamente del doble de la radiopacidad del grosor del aluminio, por lo que el material de restauración debe ser tan radiopaco como el esmalte para distinguir la caries recurrente radiográficamente, estos hallazgos coinciden con Murchinson que determinó que la radiopacidad de 2 mm de aluminio se encuentra entre los valores que presentan el esmalte y la dentina. (18)

Para realizar pruebas de radiopacidad se utiliza la Norma de la Organización de Estándares Internacionales, ISO # 4049 y la Norma de la Asociación Dental Americana en la especificación # 27.



NORMA ADA No. 27 RADIOPACIDAD

La Norma No. 27 de la ADA aprobada el 16 de Julio de 1993, divide a los materiales restauradores dentales elaborados a base de resinas en dos tipos:

Tipo 1: Materiales que polimerizan químicamente, es decir, aquellos materiales en los que la polimerización se efectúa a través de la mezcla de un iniciador y un activador.

Tipo 2: Materiales activados por energía externa, es decir, aquellos materiales en los que la polimerización se efectúa a través de la aplicación de un tipo de energía, tal como la luz azul o calor.

La norma establece en lo que se refiere a radiopacidad lo siguiente:

Radiopacidad

7.11.1 Aparato

7.11.1.1 Unidad fase única de radiografía dental, con una filtración total de 1.5 mm de aluminio capaz de operar a (65 ± 5) Kv con los accesorios convenientes.

7.11.1.2 Película oclusal de radiografía dental de velocidad de grupo D (como especificado en ISO 3665) y la solución de revelado y fijador.



7.11.1.3 Disco de aluminio de, 2 mm espesor, del mismo tamaño de la muestra de resina, de por lo menos 99.5% de aluminio puro.

7.11.1.4 Densitometro fotográfico capaz de medir una densidad óptica de 1.5 a 2.5.

7.11.2 *Preparación de las muestras.*

Se prepara una muestra de resina según lo descrito en el apartado 7.9.2.1 para los materiales del tipo 1 y en el apartado 7.9.2.2 para los materiales del tipo 2, el grosor de la muestra de resina deberá ser ($1 \pm 0,1$ mm).

Se prepara una muestra según lo descrito en el apartado 7.9.2.1 para los materiales del tipo 2, el grosor de la muestra de ensayo será de (1 ± 0.1 mm).

7.11.3 *Procedimiento.*

Se coloca la película de rayos X (véase apartado 7.11.1.2) sobre una lámina de plomo de un grosor no menor de 2 mm. Se pone la muestra y el disco de aluminio (7.11.1.3) en el centro de la película.

Se irradia la muestra del disco de aluminio y la película con rayos X a (65 ± 5) kV a una distancia máxima de la película de 400 mm durante un tiempo tal que, después del proceso, la región de la película contigua a la muestra de resina y a la muestra de aluminio, tenga una densidad óptica que oscile entre 1.5 y 2

NOTA- Las exposiciones entre 0.3s y 0.4 s a 10Ma son típicas.



Después de procesar la película, se compara la densidad óptica de la imagen de la muestra con la del aluminio; utilizando el densitómetro (véase 7.11.1.4).

7.11.4 Interpretación de los resultados.

Si la densidad óptica de la imagen de la muestra es menor que la del aluminio, se declara que el material ha cumplido con el requisito establecido en el apartado 4.5; que indica: Si el fabricante señala que el material es radiopaco, la radiopacidad determinada será igual o mayor que la correspondiente al aluminio, y no menor que 0.5 mm de lo que establece el fabricante.

NORMA ISO No. 4049

La Norma ISO No. 4049 fue aprobada en 1988, especifica los requisitos para materiales dentales elaborados a base de polímeros que se utilizan en restauraciones directas o indirectas de cavidades, y los clasifica de la siguiente manera:

Tipo I: Materiales de restauración elaborados con polímeros a los que el fabricante indique como material para utilizarse en superficies oclusales.

Tipo 2: Todos los otros materiales restaurativos elaborados con polímeros.

Clase 1: Materiales de auto polimerización cuya polimerización se vea afectada por la forma de mezclar un iniciador y un activador.



Clase 2: Materiales activados por una fuente de energía externa como luz azul o calor, y se subdividen de la siguiente manera:

Grupo 1: Materiales que requieren que la fuente de energía sea aplicada intra bucalmente.

Grupo 2: Materiales cuyo uso requiere que la energía sea aplicada extra bucalmente.

Clase 3: Materiales de curado dual que son curados con la aplicación de energía externa y también tienen un auto mecanismo de curado.

De acuerdo a esta norma, las resinas fluidas se clasifican como, Tipo 2, Clase 2, Grupo 1 y las resinas híbridas como Tipo 1, Clase 2, Grupo 1.

La norma establece en lo que se refiere a radiopacidad lo siguiente:

5.5 Si el fabricante señala que el material es radiopaco, la radiopacidad determinada será igual o mayor que la correspondiente al aluminio, o no menor que 0.5 mm de lo que establece el fabricante

Radiopacidad

7.14.1 Aparato

Unidad de fase única de rayos x con una filtración total de 1.5mm de aluminio capaz de funcionar a (65 ± 5) kV.

7.14.1.2 Película radiográfica dental de velocidad D, (como especificado en ISO 3665) solución de revelador y fijador.



7.14.1.3 Cuña de paso de aluminio, con una pureza de por lo menos 98 %, menos de 0,1% de cobre y menos de 1,0% de hierro, 50 mm largo x 20 mm ancho, teniendo un grosor en un rango entre 0,5 mm a 5,0 mm en pasos igualmente espaciados de (05 ± 0.01) mm.

NOTA --Las dimensiones globales (50 mm x 20 mm) podrán ser ajustadas según tamaño, para la conveniencia del usuario.

7.14.1.4 Hoja de plomo de no menos de 2 mm espesor.

7.14.1.5 Densitometro fotográfico capaz de medir en el rango 0.5 a 2.5 de densidad óptica.

7.14.1.6 Precisión de micrómetro adecuada a .01mm

7.14.2 *Preparación de las muestras*

NOTA--Los resultados de esta prueba son dependientes del espesor de la muestra y los usuarios de la norma pueden escoger uno de los dos métodos (A o B) para tratar este problema. Si el Método B es escogido, se requiere mayor densidad óptica de la muestra de resina contra la muestra de aluminio para obtener el resultado.(Vea 7.14.4).

Método A: Se prepara una muestra de resina como está descrito en 7.12.2.1 para materiales clase 1 (7.12.2.2), clase 2 y clase 3 con un espesor de 1 mm ($\pm 0,01$). Se omite el pulido de la muestra.



Método B: Prepare una muestra como está descrito (7.12.2.1) para materiales clase 1 ó (7. 12.2.2) para clase 2 y materiales clase 3. Se omite el pulido de la muestra. Este método producirá muestras, con grosor de $1 (\pm 0, 1)$ mm.

7.14.3 Procedimientos método A y B

Se coloca la película radiográfica sobre una hoja de plomo. Sobre la película en el centro se coloca la cuña de aluminio y la muestra de resina.

Se toma la radiografía a (65 ± 5) kv a una distancia de la película de 400 mm por suficiente tiempo de manera que después de procesar la radiografía, tenga en el fondo una densidad óptica entre 1.5 y 2.

Nota: Exposiciones entre 0.3 y 0.4 a 10 MA son típicas.

La muestra debe tener de una exactitud de $\pm 0,01$ mm.

Método A: Si el espesor está en el rango $(1 \pm 0,01)$ mm entonces, después de revelar y fijar la película, compare la densidad óptica de la resina con la del aluminio utilizando el densitometro.

Método B: Si el espesor de la muestra de resina está en el rango $(1 \pm 0,1)$ mm entonces, después de revelar y fijar la película, mida la densidad óptica de la muestra de resina y de la cuña de aluminio utilizando el densitometro.



7.14.4 Tratamiento de resultados.

Método A: Si la densidad óptica de la muestra de resina es menor que la densidad óptica de la imagen de la cuña de aluminio de 1 mm, el material cumple el requisito 5.5.

Si el fabricante señala un valor específico de la radiopacidad entonces el valor para la densidad óptica del material y el aluminio equivalente deberá ser no menor de 0,5 mm del valor especificado por el fabricante.

Método B: Mida las densidades ópticas individuales de los diferentes espesores de la cuña de aluminio. Tome el valor de densidad óptica de la muestra de resina (T_s) y determine el valor correspondiente de aluminio (T_a).

El valor de la radiopacidad (aluminio equivalente) de una muestra de exactamente 1,0 mm de espesor está determinada por (T_s / T_a). Si este valor es igual a o mayor que 1 mm el material cumple el requisito de 5.5.

Si el fabricante señala un valor específico para la radiopacidad, entonces el equivalente de aluminio no deberá ser menor de 0.5 mm del valor señalado por el fabricante.



NOTA La densidad óptica de la muestra de resina contra la muestra de la cuña de aluminio debe realizarse para cada exposición radiográfica ya que pueden ocurrir variaciones menores debido al procesado de la radiografía.

7.11.3 Procedimiento.

Se coloca la película de rayos X (véase apartado 7.11.1.2) sobre una lámina de plomo de un grosor mínimo de 2 mm. Se pone la muestra de resina y la placa de aluminio (véase 7.11.1.3) en el centro de la película.

Se irradiala muestra de resina, la placa de aluminio y la película con rayos X a (65 ± 5) kV a una distancia máxima de la película de 400 mm durante un tiempo tal que, después del procesado, la región de la película contigua a la muestra y al aluminio tenga una densidad que oscile entre 1,5 y 2.

NOTA - Las exposiciones entre 0.3 s y 0.4 s a 10 mA son típicas.

Después de procesar la película, se compara la densidad de la imagen de la muestra de resina con la del aluminio, usando el densitómetro (véase 7.11.1.4).

7.11.4 Interpretación de los resultados.

Si la densidad de la imagen del espécimen es menor que la del aluminio, se declara que el material ha cumplido con el requisito establecido en el apartado 4.5; que indica: Si el fabricante plantea que el material es radiopaco, la radiopacidad determinada será igual o mayor que la correspondiente al aluminio, y no menor de 0.5 mm de lo que establece el fabricante



DESCRIPCIÓN DE LAS RESINAS UTILIZADAS

Información proporcionada por el fabricante

FILTEK FLOW

Restaurador fluido, fabricado por 3M, es una resina de baja viscosidad, radiopaca y fotopolimerizable por luz visible. Está indicada para utilizarse como sellador de fosetas y fisuras, restauración de lesiones cariosas y preparaciones mínimamente invasivas clase I, III, IV y clase V, preparación de defectos pequeños en restauraciones estéticas indirectas de resina o cerámica, bloqueador de irregularidades en zonas retentivas, base o revestimiento de restauraciones posteriores, reparación de materiales temporales, preparación tipo túnel y preparaciones abrasionadas con aire.

Su presentación es en jeringas de 1cc, se coloca en incrementos de 2.0 mm cada uno fotopolimerizado por 20 seg.

Compuesto por BIS-GMA y TEGDMA, un polímero de dimetacrilato que modifica la reología del material y que permite que el material fluya bajo presión, mantenga su forma y permanezca en su sitio hasta que se polimerice, un foto iniciador cuando se expone a la luz visible y azul en un rango de 400-500 nanómetros. Utiliza como relleno zirconia/silica para darle radiopacidad, resistencia al desgaste y fuerza física.



Carga de relleno 68% por peso, 47% por volumen. Tamaño y rango de partícula es de 0.01 a 6 micras, promedio de partícula 1.5 micras.

El material fue aprobado para uso dental al cumplir con la norma FIDS ISO 4049: 1999 para materiales basados en resinas. Según el fabricante cumple con las normas de tiempo de trabajo, polimerización, profundidad de curado, sensibilidad a la luz ambiental, solución de agua y solubilidad, estabilidad de color, resistencia flexural, tono y radiopacidad, resistencia al desgaste, resistencia tensional diametral y compresiva, adhesión y viscosidad Vs. resistencia reologica (11).

FILTEK Z- 250

Es una resina compuesta, radiopaca, fotocurable, fabricada por 3M, diseñada para utilizarse en restauraciones directas e indirectas. Fotopolimerizable en luz visible. Se presenta en jeringas multidosis en colores A1, A2, A3, A 3.5, A4, B1, B2, B3, C2, C3 y D3. Con profundidad de curado de 2.5 mm máximo por 20 segundos y los colores B 0.5, C4, UD, tienen una profundidad de curado de 2.0 mm máximo por 30 segundos.

Esta indicada en restauraciones directas en posteriores y anteriores, restauraciones indirectas incluyendo inlays, onlays y coronas, reconstrucción de muñones y guardas.



Composición: El relleno es zirconia / sílice, la carga de relleno inorgánico es de 60% por volumen (sin el tratamiento de silano), con un rango en el tamaño de las partículas de relleno de entre .01 a 3.5 micrones. Contiene BIS-GMA, UDMA, y resina BIS-EMA. Un adhesivo dental es usado para unir permanentemente la restauración y la estructura del diente.(12)

Mirafill H

Resina híbrida fotopolimerizable con polvo de vidrio que libera iones de flúor, un agente de adhesión, fabricada por Faprodmir Dental, diseñada para utilizarse en dientes anteriores y posteriores, se presenta en jeringas rotativas en colores A2 y A3. Con una profundidad de curado de 4 mm durante 40 seg.

Esta indicada en dientes anteriores cavidades clase III, IV, V, según Black, modelación incisal y reconstrucción de dientes con daños traumáticos, correcciones de anomalías como dientes conoidales, diastemas, hipoplasias del esmalte, correcciones de la forma y del color para mejorar la estética. En dientes posteriores cavidades clase I y II según Black, sin carga oclusal y limitado por esmalte en toda la periferia rodeados por todas partes por el esmalte si se trata de pacientes con buena higiene bucal. También en cavidades clase V según Black, sellado amplio de fisuras y como material de reparación en revestimientos de material acrílico y cerámica.



Composición: 1g de pasta contiene Bis-GMA 0.068, DDMA 0.068, TEDMA 0.048, Microfil 0.048, Dióxido de Silicio 0.058, Borosilicato Aluminio de Bario 0.680, Flúor y Calcio 0.020, Iniciadores y estabilizadores 0.010 (13).

Glacier

Resina híbrida, radiopaca fotopolimerizable, fabricada por SDI (*Southern Dental Industries*), diseñada para utilizarse en dientes anteriores y posteriores, se presenta en jeringas y compules. Con una profundidad de curado de 2 mm por 20 seg.

Esta indicada en restauraciones anteriores y posteriores, vanners, Inlays/onlays, muñones, clases I, II, III, IV y V, en colores para esmalte A1, A2, A3, A3.5, A4, B1, B2, B3, B4, C2, C3, y C4 y para dentina OA2, OA3, OA3.5, OB3, OB4, OC2, OC4 y OD3 (14).

Composición: El fabricante no cumple en proporcionar los datos de la composición de la resina. (14)



Mirafill HLI

Resina híbrida fotopolimerizable para reconstrucción de bordes incisales con polvo de vidrio que libera iones de flúor, con un agente de adhesión, fabricada por Faprodmir Dental, diseñada para utilizarse en dientes anteriores y posteriores, se presenta en jeringas rotativas en colores A2 y A3. Con una profundidad de curado de 4 mm durante 40 seg.

Está indicada en dientes anteriores modelado incisal, reconstrucción de dientes con daños traumáticos y afectación de bordes incisales, correcciones de anomalías como dientes conoidales, diastemas, hipoplasias del esmalte, correcciones de la forma y del color para mejorar la estética.

Composición: 1g de pasta contiene Bis-GMA 0.068, UDMA 0.068, TEDMA 0.048, Dióxido de Silicio 0.058, Borosilicato, Aluminio de Bario 0.680, Flúor y Calcio 0.020, iniciadores y estabilizadores 0.010. (13)



PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Entre las pruebas físicas está incluida la prueba de radiopacidad que en el caso de la Norma # 4049 requiere de un protocolo complicado. La Norma # 27 es un poco más sencilla de realizar, sin embargo como la prueba se realiza utilizando un densitómetro para determinar la relación de la radiopacidad entre un disco de aluminio que se utiliza como control y una muestra de un disco de la resina dental objeto de estudio en la misma radiografía, es probable que aunque varíe el tiempo de exposición a los Rx así como el tiempo de revelado y fijado, la relación de radiopacidad no cambie.



JUSTIFICACIÓN

El Laboratorio de Materiales Dentales de la Facultad de Odontología de la UNAM, cuenta con equipo para realizar las más diversas pruebas físicas y mecánicas; entre el equipo con que se cuenta está un densitómetro para determinar la relación de radiopacidad entre diversos materiales. En este caso para comprobar la radiopacidad entre un disco de aluminio y diversas resinas.



HIPÓTESIS

H₀1 La variación del tiempo de exposición a los Rx, no alterará la relación de radiopacidad entre las muestras de resina y la muestra de aluminio medidas a través de un densitómetro.

H₀2 El tiempo de revelado y fijación de las muestras de resina y de aluminio, no alterará la relación de radiopacidad entre las muestras de resina y la muestra de aluminio medidas a través de un densitómetro.



OBJETIVO GENERAL

Determinar la relación de la densidad óptica (radiopacidad) de un disco de aluminio y un disco de resina dental en una radiografía valorado a través de un densitómetro, variando los tiempos de exposición a los Rx y variando el tiempo de revelado y fijación de la radiografía.



OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Determinar la radiopacidad de un disco de aluminio y un disco de resina dental en una radiografía valorada a través de un densitómetro utilizando 5 resinas diferentes.

Resina fluida Filtek Flow 3M

Resina híbrida para dientes posteriores Mirafil H. Faprodmir Dental

Resina híbrida para dientes posteriores Mirafil HLI Faprodmir Dental

Resina híbrida para dientes posteriores Glacier. SDI

Resina híbrida universal Filtek Z 250. 3M



CRITERIOS DE INCLUSIÓN

Las muestras que cumplan con los requisitos para la prueba de radiopacidad de la Norma # 27 y 4049.

Las muestras que sean realizadas por el mismo investigador.

CRITERIOS DE EXCLUSIÓN

Muestras que no cumplan con las especificaciones de la Norma # 27.

Muestras defectuosas.



TIPO DE ESTUDIO

La investigación es de tipo experimental, transversal y descriptiva.

VARIABLES

VARIABLE DEPENDIENTE

Radiopacidad

VARIABLES INDEPENDIENTES

Tiempo de exposición a los Rx

Tiempo de revelado y fijación



MATERIALES

- Un disco de aluminio de 2 mm de grosor, con una pureza una de 99.5 % y un diámetro de 18 mm.
- Una base de plomo de mas de 2 mm de grosor.
- Cilindro de papel de 40 cm, para medir la distancia de la fuente de radiación y la radiografía.
- Discos de resina de 15 mm de diámetro y ± 1 mm de grosor:
- Resina fluida Filtek Flow 3M
- Resina híbrida para dientes posteriores Mirafil H. Faprodmir Dental
- Resina híbrida para bordes incisales Mirafil HLI. Faprodmir Dental
- Resina híbrida para dientes posteriores Glacier. SDI
- Resina híbrida universal Filtek Z 250. 3M
- Radiografías Kodak Dental Intraoral D-Speed Film 31x 41 mm.
- Espátula de teflón.
- Porta objetos.
- Grasa de silicón.
- Cinta de poliéster Mylar de 50 ± 30 um de grosor.
- Hacedor para resinas.



EQUIPO

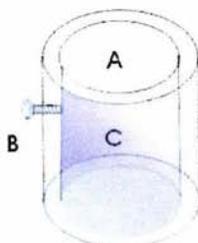
- Aparato de Rayos X, "Ets de Götzen Srl ITALY" for SATELEC IMAGE X 70 Kvp 8 mA 0.415 KVA. Voltaje 115 v- 50/60 Hz.
- Densitómetro X-Rite Modelo 891, incorporated 3100, 44th. Street S.W.,
Grandville, Michigan, 49418.
- Radiómetro de intensidad de luz. Demetron Research Corp. Modelo 100.
- Radiómetro de intensidad de calor. Demetron Research Corp. Modelo 200.
- Calibrador Verniere Max Cal Electronic Digital Caliper. Fowler & NSK 255827 Japan.
- Lámpara Herauz Kulzer. Lafayette Blvd..Translux Energy 100-240v. 50/60 Hz/ 450 mw. Dentist Product División .



MÉTODO

La elaboración de las muestras de resinas y lo la prueba de radiopacidad se realizó de acuerdo a la Norma # 27 de la ADA.

Se preparó una muestra de cada resina en un hacedor para muestras de resinas en forma de disco de 15 ± 0.1 mm de diámetro y 1.0 ± 0.1 mm de profundidad. El molde se lubricó con aceite de silicón, se colocó la resina dentro del molde sobrellenado ligeramente, encima se colocó cinta Mylar y una loseta de vidrio para desplazar el excedente.

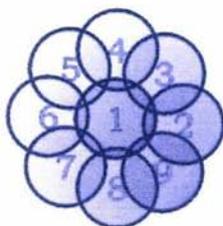


Hacedor De la muestra de resina en forma de disco

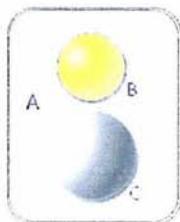
- A) Espacio para la muestra de resina
- B) Tornillo para fijar la profundidad de la muestra
- C) Embolo que permite variar la profundidad de la muestra



Posteriormente se polimerizó, comenzando por el centro y se continuó en toda la superficie, cubriendo una tercera parte de la muestra ya polimerizada hasta cubrir toda la superficie por ambos lados, como lo muestra el esquema; se midió el grosor de la muestra con un calibrador verniere con una exactitud de 0.01 mm.



Se tomaron 5 radiografías a cada una de las muestras de resina, con el mismo aparato de Rx a 65 ± 5 , Kv en todas las ocasiones, colocando en cada radiografía la muestra de la resina de 1 mm de grosor y 15 mm de diámetro y un disco de aluminio de 2 mm de grosor con una pureza de 99.5 % y un diámetro 18 mm, sobre una base de plomo de mas de 2 mm de grosor a una distancia radiográfica de 400 mm.



A) Radiografía B) Muestra de resina C) Disco de aluminio



A cada muestra de resina se le tomó una radiografía de control utilizando el tiempo de exposición a los Rx de acuerdo al parámetro indicado para dientes premolares (.30seg. a 70 Kv), con un tiempo de revelado de 6 min. y fijado de 10 min. de acuerdo a las instrucciones del fabricante de líquidos de procesado de la película.

Se tomó una segunda radiografía aumentando el tiempo de exposición a los Rx determinado para dientes premolares (.50seg a 70 Kv), con un tiempo de revelado de 6 min. y fijado de 10 min. de acuerdo a las instrucciones del fabricante de los líquidos para procesado de la película.

Una tercera radiografía disminuyendo el tiempo de exposición a los Rx determinado para premolares (.10 seg. A 70 Kv), con un tiempo de revelado de 6 min. y fijado de 10 min. de acuerdo a las instrucciones del fabricante de los líquidos para procesado de la película.

Una cuarta radiografía de control utilizando el tiempo de exposición a los Rx establecido para premolares (.30 seg. 70 Kv.), aumentando el tiempo de revelado de 9 min. y fijado de 20 min. indicado por el fabricante de líquidos para procesado de la película.

Una quinta radiografía utilizando el tiempo de exposición a los Rx establecido para premolares (.30 seg. A 70 Kv), disminuyendo el tiempo de revelado a 3 min. y fijado a 10 min.



Se revelaron y fijaron las radiografías con los mismos líquidos nuevos y preparados según instrucciones de fabricante.

Finalmente se evaluó cada una de las radiografías con el densitómetro, registrando el valor de la densidad óptica de la muestra de resina y la muestra de aluminio.



RESULTADOS

TABLA 1

VALORES DE RADIOPACIDAD DE RESINAS Y ALUMINIO OBTENIDOS A TRAVES DEL DENSITOMETRO

		1	2	3	4	5
Mirafill HLI	Resina	1.01	1.42	0.47	0.55	0.91
	Aluminio	0.69	1.29	0.42	0.45	0.86
Glacier	Resina	0.60	0.50	0.47	0.46	0.84
	Aluminio	0.64	0.54	0.46	0.47	0.94
Filtek Z-250	Resina	0.56	1.02	0.59	0.55	0.79
	Aluminio	0.71	1.27	0.63	0.56	0.84
Filtek Flow	Resina	0.77	1.22	0.45	0.47	1.02
	Aluminio	0.67	1.12	0.42	0.44	0.70
Mirafill H	Resina	0.88	1.36	0.43	0.58	0.99
	Aluminio	0.86	1.21	0.39	0.57	0.82



TIEMPOS DE EXPOSICIÓN A LOS RX REVELADO Y FIJADO DE LAS MUESTRAS DE RESINA Y ALUMINIO

TABLA 1

1. Exposición a los Rayos x (.30 seg. 79 Kv). Tiempo de revelado 6 min.
Tiempo de fijado 10min.
- 2.- Exposición a los Rayos x (.50 seg. 79 Kv). Tiempo de revelado 6 min.
Tiempo de fijado 10 min.
- 3.- Exposición a los Rayos x (.10 seg. 79 Kv). Tiempo de revelado 6 min.
Tiempo de fijado 10 min..
- 4.- Exposición a los Rayos x (.30 seg. 79 Kv). Tiempo de revelado 9 min.
Tiempo de fijado 20 min.
- 5.- Exposición a los Rayos x (.30 seg. 79 Kv). Tiempo de revelado 3 min.
Tiempo de fijado 10 min.

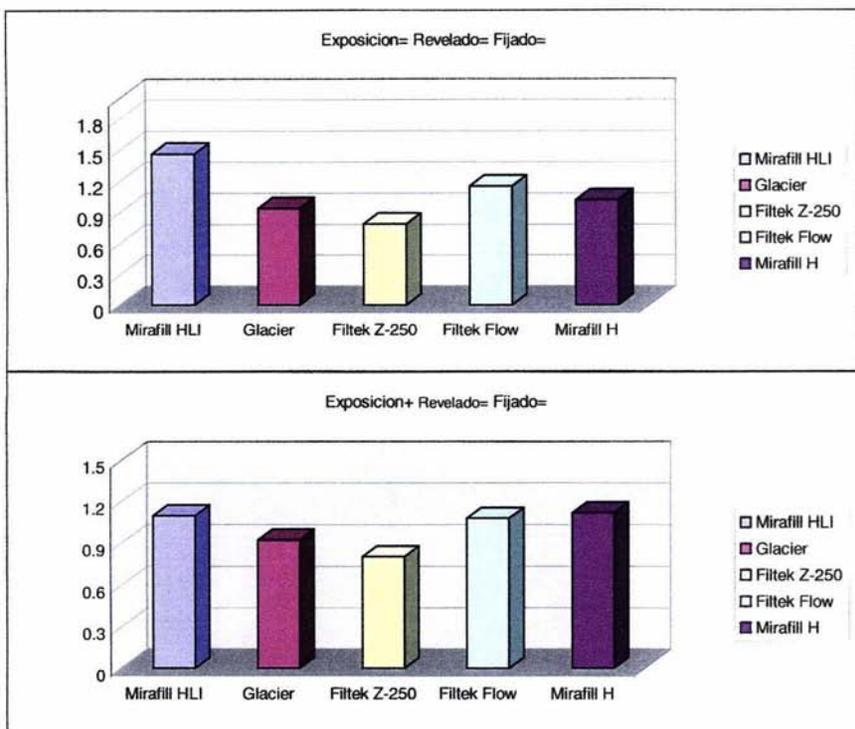


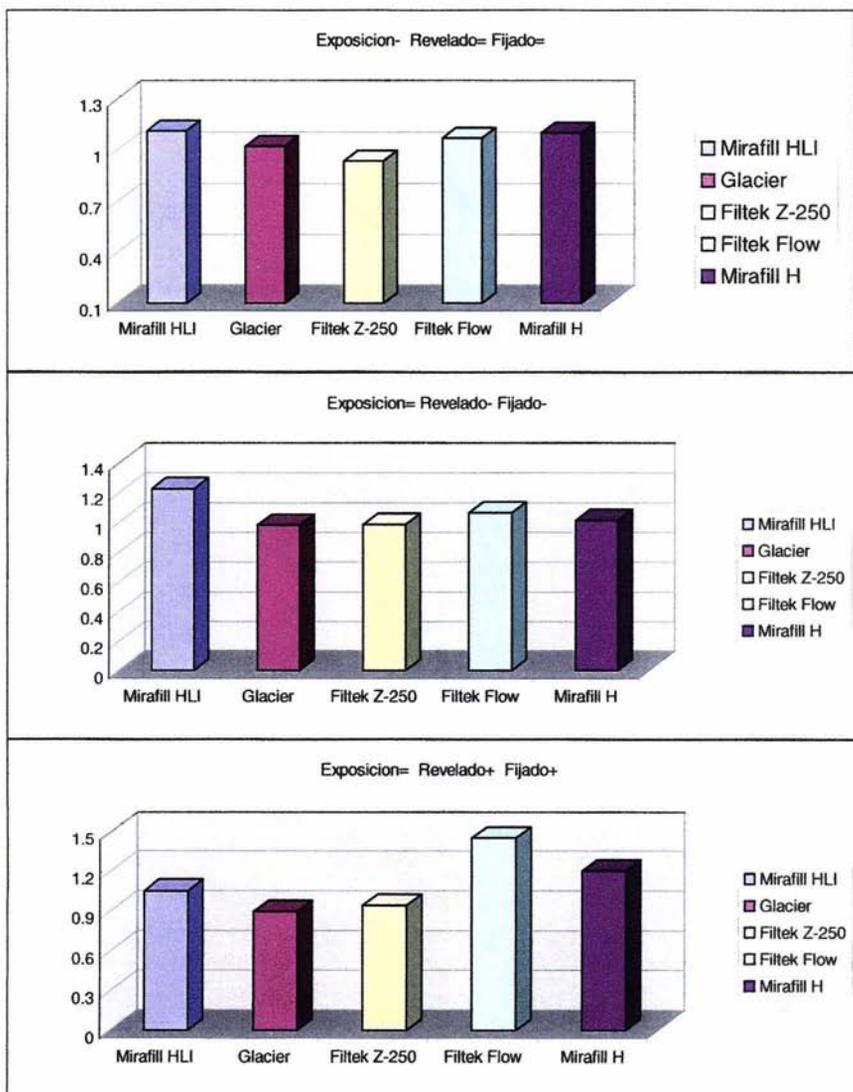
TABLA 2
VALORES OBTENIDOS AL DIVIDIR LA RADIOPACIDAD DE LA RESINA
ENTRE LA RADIOPACIDAD DEL ALUMINIO

	1	2	3	4	5
Mirafill HLI	1.46	1.1	1.11	1.22	1.05
Glacier	0.937	0.925	1.02	0.891	0.893
Filtek Z-250	1.267	0.803	0.936	0.982	0.94
Filtek Flow	1.149	1.08	1.07	1.06	1.45
Mirafill H	1.02	1.12	1.1	1.01	1.2



GRÁFICAS







ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Para los valores promedio de cada prueba se aplicó el análisis de Varianza de una vía para determinar las diferencias de varianza entre las medias de los grupos con un grado de confiabilidad de $P < 0.050$.

One Way Analysis of Variance Monday, March 22, 2004, 11:34:32

Data source: Data 1 in Notebook

Normality Test: Passed ($P = 0.284$)

Equal Variance Test: Passed ($P = 0.243$)

Group	N	Missing
Col 1	5	0
Col 2	5	0
Col 3	5	0
Col 4	5	0
Col 5	5	0

Group	Mean	Std Dev	SEM
Col 1	1.071	0.254	0.114
Col 2	1.006	0.137	0.0613
Col 3	1.047	0.0713	0.0319
Col 4	1.050	0.101	0.0449
Col 5	1.107	0.225	0.101

Power of performed test with alpha = 0.050: 0.050



The power of the performed test (0.050) is below the desired power of 0.800. You should interpret the negative findings cautiously.

Source of Variation	DF	SS	MS	F	P
Between Treatments	4	0.0272	0.00679	0.227	0.920
Residual	20	0.597	0.0299		
Total	24	0.624			

The differences in the mean values among the treatment groups are not great enough to exclude the possibility that the difference is due to random sampling variability; there is not a statistically significant difference ($P = 0.920$).

El Análisis Estadístico arrojó como resultado que no existen diferencias estadísticamente significativas aumentando y disminuyendo el tiempo de exposición a los Rx, así como al aumentar y disminuir el tiempo de revelado y fijación de la radiografía.



DISCUSIÓN

la Norma # 27 revisada en 1977, lo mismo que la Norma # 4049, establecen la necesidad de las resinas compuestas de ser radiopacas, condición que todas las resinas estudiadas cumplen, aunque solamente las resinas Filtek Z 250 y Glacier (Tabla 2), tienen mayor radiopacidad que el aluminio.

Se aplicó la Norma # 27 de la ADA (16) para realizar la prueba de Radiopacidad y para el tratamiento de los resultados se aplicó el Método B de la Norma ISO # 4049 (10) que establece que la radiopacidad (aluminio equivalente) de una resina, se determina al dividir el valor de la radiopacidad de la muestra de resina de 1 mm de grosor, entre el valor de radiopacidad de la muestra de aluminio de 2 mm de grosor obtenido a través de un densitómetro.

La radiopacidad es la proporción de la densidad óptica de la muestra de resina en comparación con la de la muestra de aluminio obtenida en la misma radiografía. Se encontró que entre menor sea el valor obtenido en el densitómetro mayor será la radiopacidad, ya que mayor densidad óptica de la muestra, permitirá menor paso de los rayos X.

La resina Filtek Flow para dientes anteriores es menos radiopaca que el aluminio, sin embargo como se recomienda para dientes anteriores, es relativamente fácil examinar su condición como material de restauración en boca. Murchinson en 1999 (5) publicó que actualmente las resinas dentales buscan una radiopacidad distintiva similar a la estructura del diente o idealmente ligeramente mayor a la del esmalte para detectar caries reincidente, burbujas de aire y excedentes o faltantes en los márgenes.



Sin embargo en la resinas Mirafil LHI y Mirafill H, recomendadas para dientes tanto anteriores como posteriores podría dificultarse la determinación radiográfica de los defectos mencionados, ya que son menos radiopacas que el aluminio.

Las resinas Galcier y Filtek Z 250 son más radiopacas que el aluminio (Tabla 2), por lo que pueden utilizarse tanto en dientes anteriores como posteriores, pudiendo determinarse radiográficamente cualquier defecto o caries que se encuentre presente. Choi (17) en 2000, recomendó que en restauraciones clase II en dientes posteriores no se utilicen resinas de baja densidad ya que es importante poder determinar la presencia de caries reincidente radiográficamente.

Curtis citado por Murchinson (5) estableció que el fabricante determina la cantidad y el tipo de elementos químicos en una resina. Entre más protones tenga un elemento mayor será la radiopacidad (Información Vivadent), en el caso de Filtek Z 250, que el fabricante reporta que contiene zirconia, que es un elemento altamente radiopaco y que seguramente contiene en una alta proporción, ya que la radiopacidad encontrada fue mayor que la del aluminio.

En el caso de Glacier el fabricante no reporta la composición química de la resina, sin embargo es de suponerse que contiene elementos radiopacos en importante proporción, por la radiopacidad obtenida (15)

En las restantes resinas Mirafill y Filtek Flow, a pesar de que el fabricante reporta que contienen elementos como bario y zirconia que son radiopacos, podríamos conjeturar que la proporción en que lo contienen no es suficiente para lograr mayor radiopacidad que el aluminio (Mirafill y Filtek Flow).



Al variar los tiempos de exposición a los rayos X, y el tiempo de revelado y fijación, variaron ligeramente las cifras de radiopacidad que se obtuvieron en el densitómetro. A mayor tiempo de exposición a los rayos X se obtuvieron mayores valores de radiopacidad, a menor tiempo de exposición se obtuvo el efecto contrario. El mismo comportamiento se encontró al aumentar el tiempo de revelado, también aumento el valor de radiopacidad en el densitómetro, e igualmente disminuyó el valor de la radiopacidad al disminuir el tiempo de revelado y fijación. Sin embargo debido a que la determinación de la radiopacidad de una resina se obtiene al dividir el valor obtenido por la resina entre el valor obtenido por el aluminio (Norma # 4049), en todos los casos el valor de radiopacidad fue el mismo, es decir, si la resina fue más radiopaca que el aluminio, en todos los casos se obtuvo el mismo resultado, o lo contrario, ya que en la misma radiografía se encuentra tanto la muestra de resina como de aluminio y el tratamiento que se les da es el mismo para ambas muestras. Además también encontramos que la variación de los resultados al variar los tiempos de exposición a los rayos X y el tiempo de revelado y fijado no fueron estadísticamente significativas, con lo cual se comprueban las hipótesis de investigación.



CONCLUSIONES

- 1.- Todas las resinas estudiadas son radiopacas.
- 2.- La resina Filtek Flow y Mirafill HLI y Mirafill H, son menos radiopacas que el aluminio.
- 3.- Las resinas Filtek Z-250 y Glacier son más radiopacas que su equivalente de aluminio.
- 4.-No se encontraron diferencias estadísticamente significativas en los resultados obtenidos al variar, tanto el tiempo de exposición como el tiempo de revelado y fijado de las radiografías.



REFERENCIAS

- 1.-Wilson EG, Mandradjieff, Brindock T. Controversies in posterior composite resin restorations. Dent Clin North Am 1990 Jan; 34 (1):27-44
- 2.- Anusavice K. La Ciencia de los Materiales Dentales de Phillips. 10ª ed. México: MC Hill Interamericana;1996
Albers HF. Odontología Estética. 1ed. Barcelona. Editorial Labor S.A.1988.
- 3.-Lutz F; Phillips R. 1983 A Classification and evaluation of composite resins systems. 50 (4): Oct. 480-488
- 4.- Manhart J., Kunzelmann K.H., Chen H.Y., Hickel R. Mechanical properties and wear behavior of light- cured packable composite resins. Dental Materials 2000, 16; 33-40.
- 5.-Murchinson D. Charlton D., Moore W. Comparative radiopacity of flowable. resin composites. 1999. 30:3;1979-184.
- 6.-Espelid I; Tveit A., Erickson R., Keck S. Glasspoole E., Radiopacity of restorations and detección of secondary caries, Dent Mater 7:114-117, april,1991.p
- 7.- Toyooka H., Taira M, Wakasa M., Fujita Y. Wada T. Radiopacity of 12 visible light cured dental composite resins. J. Oral Rehabilitation, 1993;20,615-622.
- 8.-Chan D. Titus H., Chung K., Dixon H., Welinghoff S. Rawls H. Radiopacity of tantalium oxide nanoparticle Filled resins.1999. 15: 219-222.
- 9.- Albers HF. Odontología Estética. 1ª ed. Barcelona: Editorial Labor, 1988.
- 10.- Norma # 4049 International Standard Organization. Dentistry. Polymer-based filling, restorative and luting material.1988.
- 11.- 3M Filtec Flow Restaurador Fluido. 3M Dental Products Laboratory. #M Center Building 260-2B-13. St. Paul, MN 55144-1000. Printed in USA. 1998.



-
- 12.- 3M Filtec Z-250 Restaurador universal, anterior y posterior. 3M Dental Products Laboratory. #M Center Building 260-2B-13.St. Paul. MN 55144-1000. Printed in USA. 1998.
- 13.- Faprodmir Dental. Mirafill H. Composite Híbrido Uiversal, anteriores y posteriores. Faprodmir División Dental. Av. Juárez No. 154 Sta María Zolotepec Xonacatlan, Mex.
- 14.- Faprodmir Dental. Mirafill H. Composite Híbrido para bordes incisales. Faprodmir División Dental. Av. Juárez No. 154 Sta María Zolotepec Xonacatlan, Mex.
- 15.- Southern Dental Industries. Glacier. Composite Híbrido anterior y posterior. SDI Limited Bayswater, Victoria 3153 Australia.
- 16.- American National Standard / American Dental Association Specification No. 27. Resin-Based Filling Materials Revisión of ANSI/ADA 1993.
- 17.- Choi K. Ferracane J. Hilton T. Charlton D. Properties of packable dental composites. J. Esthet Dent 2000; 12 (4): 216-26.
- 18.- Watts D. Cash A. Kinetic measurements of Photo-polimerization contraction in resins and composites. M. Sci Technol 1991; 2:788-794.



ANEXOS



DRAFT INTERNATIONAL STANDARD ISO/DIS 4049

ISO/TC 106/SC 1

Secretariat: SCC

12984

Voting begins on
1998-07-09

Voting terminates on
1998-12-09

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ОЦ СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

SECRETARIA DE COMERCIO
Y FOMENTO INDUSTRIAL
DIREC. GRAL. DE NORMAS
★ AGO. 12 1998. ★
SISTEMA AUTOMATIZADO
DE CONTROL DE GESTION
RECIBIDO

Dentistry — Polymer-based filling, restorative and luting materials

[Revision of second edition (ISO 4049:1988)]

Art dentaire — Produits d'obturation, de restauration et de scellage à base de polymères

ICS 11.060.10

Descriptors: dentistry, dental materials, resins, classification, specifications, tests, packaging, marking.

12984

DIRECCION GENERAL DE NORMAS
DIRECCION DE ASUNTOS
INTEC 4398/ALES
★ AGO. 13 1998 ★
RECIBIDO

The CEN Secretary-General has advised the ISO Secretary-General that this ISO/DIS covers a subject of interest to European standardization. In accordance with subclause 5.1 of the Vienna Agreement, consultation on this ISO/DIS has the same effect for CEN members as would a CEN enquiry on a draft European Standard. Should this draft be accepted, a final draft, established on the basis of comments received, will be submitted to a parallel two-month FDIS vote in ISO and formal vote in CEN.

**INTERNATIONAL STANDARDS ORGANISATION
TECHNICAL COMMITTEE 106 - DENTISTRY,
SUB-COMMITTEE 1 - FILLING AND RESTORATIVE MATERIALS**

DRAFT INTERNATIONAL STANDARD ISO DIS 4049 : 1998

Dentistry – Polymer-based filling, restorative and luting materials

Introduction and explanatory notes for the Draft International Standard

This edition supersedes ISO 4049 : 1988 and includes those polymer-based restorative materials (inlay/onlay materials) that are processed outside the mouth, in either the dental operatory or laboratory. These have been added as class 2, group 2 materials in a redesigned classification (see clause 4). Materials that cure by both chemical means and external energy application (dual cure materials) have also been added to the classification as class 3 materials.

This International Standard now includes requirements for materials intended for the restoration of occlusal surfaces (type 1 materials). It does not cover materials intended to prevent caries (see ISO 6874) or those used for veneering metal sub-frames (see ISO 10 477).

Also, this International Standard now includes requirements for polymer-based luting materials that are intended for cementation of restorations and appliances such as inlays, onlays, crowns and bridges. This has resulted in new tests and requirements for the working time and film thickness of luting materials.

In comparison with ISO 4049 : 1988, alterations have been made to the requirements for flexural properties (see 5.2.9) water sorption (see 5.2.10). These requirements have been changed following collaborative testing and review of published data.

Changes have been made to the test methods for water sorption and solubility (see 7.12) and radio-opacity (see 7.14.) in order to clarify simplify and improve the accuracy of these tests.

Specific qualitative and quantitative requirements for freedom from biological hazard are not included in this International Standard, but it is recommended that when assessing possible biological or toxicological hazards reference should be made to ISO 10 993-1 and ISO 7405.

NOTE: With reference to the limit for radio-opacity the Committee Draft proposed that in order for such a property to be claimed by a manufacturer the radiodensity value should be equal to or greater than that of twice the equivalent thickness of aluminium. However, five negative votes were specifically cast in opposition to this requirement since it was in excess of the values for a considerable number of existing materials that are currently able to fulfil the radio-opacity requirement in compliance with the current standard.

In reviewing the voting and comments, the Sub-Committee agreed reluctantly to return to the current lower limit. However, there is a general trend to higher radio-opacity in many materials and it is the intention of the Sub-Committee to review the performance limit in conjunction with manufacturers and clinicians and possibly increase it by means of an Addendum within the life of the new standard.

1 Scope

This International Standard specifies requirements for dental polymer-based filling and restorative materials and polymer-based luting materials supplied in a form suitable for mechanical mixing, hand-mixing, or intra-oral and extra-oral external energy activation, and intended for use primarily for the direct or indirect restoration of cavities in the teeth.

The luting materials covered by this standard are intended for use in the cementation or fixation of restorations and appliances such as inlays, onlays, veneers, crowns and bridges.

This International Standard does not cover requirements for polymeric materials intended for veneering indirect restoration metal sub-frames (see ISO 10 477) and materials intended to prevent caries (see ISO 6874).

2 Normative references

The following standards contain provisions that, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards listed below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

ISO 3665 : 1996, Photography -- Intra-oral dental radiographic film -- Specification.

ISO 3696 : 1987, Water for analytical use - specification and test methods.

ISO 7405 : 1997, Biological evaluation of dental materials.

ISO 7491 : 19XX, Dental materials -- Determination of colour stability of dental polymeric materials. (*Currently at the stage of FDIS*).

ISO 8601 : 1988, Data elements and interchange formats -- Information interchange -- Representation of dates and times.

ISO 10 993-1 : 1995, Biological testing of medical and dental materials and devices; Part 1 Guidance on selection of tests.

ISO 10 650 : 19XX, Dentistry - powered polymerisation activators. (*Currently at the stage of DIS*).

3 Definitions

For the purposes of this International Standard the following definitions apply.

- 3.1 **Opaque luting material:** Intensely pigmented polymer-based luting material intended to mask underlying tooth structure.
- 3.2 **Opaque shade:** The shade of a polymer-based restorative material intended to be less translucent than a non-opaque shade.

4 Classification

For the purposes of this International Standard, dental polymer-based restorative materials are classified as the following types.

- a) Type 1: Polymer-based filling and restorative materials claimed by the manufacturer as suitable for restorations involving occlusal surfaces
- b) Type 2: All other polymer-based filling and restorative materials

NOTE: It is not necessary to classify polymer-based luting materials into types.

The three classes of dental polymer-based restorative and luting materials are as follows.

- 1) Class 1: Self-curing materials whose setting is effected by mixing an initiator and activator
- 2) Class 2: External-energy-activated materials whose setting is effected by the application of energy from an external source, such as blue light or heat, and are subdivided as follows.
 - i) Group 1: Materials whose use requires the energy to be applied intra-orally
 - ii) Group 2: Materials whose use requires the energy to be applied extra-orally

NOTE 1 -- Certain materials may be claimed by manufacturers to be both group 1 and group 2. In this event the material should fulfil the requirements for both groups. (See clause 4)

NOTE 2 -- Class 2 luting materials will fall into Group 1 only.

- 3) Class 3: Dual cure materials that are cured by the application of external energy and also have a self-curing mechanism present.

5 Requirements

5.1 Biocompatibility

See the Introduction for guidance on biocompatibility, ISO 7405 and ISO 10 993.

5.2 Physical and chemical properties

5.2.1 General

If a filling and restorative material is supplied by the manufacturer in pre-coloured standard shades, each shade, including opaque shades, shall be capable of satisfying all the requirements for sensitivity to ambient light (5.2.7), depth of cure (5.2.8), shade (5.3) and colour stability (5.4) appropriate to the material type and class. If the material is supplied such that it can be "tinted" or "blended" to the user's prescription, the material shall comply with the requirements both when used alone and when used with the maximum recommended proportion of tinter or blender [see 3.3 d)].

7.13.6 Colour comparison for colour stability

After 7 days, remove the first and third specimens from the oven. Compare the colour of the second, wet specimen (see 7.13.5) with the reference specimen.

Compare the colour of both halves of the third specimen with each other and with the reference specimen.

Carry out all the colour comparisons in accordance with 5.4 and ISO 7491.

7.14 Radio-opacity

7.14.1 Apparatus

7.14.1.1 Single-phase dental X-ray unit with a total filtration of 1,5 mm aluminium, and capable of operation at (65 ± 5) kV, with suitable accessories.

7.14.1.2 Dental X-ray film of speed group D (as specified in ISO 3665), developing solution and fixer.

7.14.1.3 Aluminium step wedge, purity at least 98 mass % with less than 0,1 mass % copper and less than 1,0 mass % iron present, 50 mm long x 20 mm wide, having a thickness range from 0,5 mm to 5,0 mm in equally spaced steps of $(0,5 \pm 0,01)$ mm. The wedge shall be free standing.

NOTE -- The overall dimensions (50 mm x 20 mm) may be adjusted in relation to the film size, for the convenience of the user.

7.14.1.4 Sheet of lead not less than 2 mm thick.

7.14.1.5 Photographic densitometer capable of measuring in the range 0,5 to 2,5 of optical density.

7.14.1.6 Micrometer accurate to 0,01 mm.

7.14.2 Preparation of test specimens

NOTE -- The results of this test are extremely dependent upon specimen thickness and users of the standard may choose one of two methods (A or B) to overcome this problem. If Method B is chosen, an optical density v aluminium thickness plot is required to derive the result, (See 7.14.4).

Method A. Prepare one disc specimen as described in 7.12.2.1 for class 1 materials or 7.12.2.2 for class 2 and class 3 materials but with a thickness of $(1 \pm 0,01)$ mm. This may be achieved using an accurate split ring mould that is clamped under high pressure. Omit the precise finishing of the periphery.

Method B. Prepare one disc specimen as described in 7.12.2.1 for class 1 materials or 7.12.2.2 for class 2 and class 3 materials omitting the precise finishing of the periphery. This method will produce specimens with a thickness in the range $(1 \pm 0,1)$ mm.

7.14.3 Procedure - Methods A & B

Position the X-ray film (7.14.1.2) on the sheet of lead (7.14.1.4). Place the specimen and the aluminium step wedge (7.14.1.3) in the centre of the film.

Irradiate the specimen, aluminium plate and film with X-rays at (65 ± 5) kV at a target film distance of 400 mm for such a time that, after processing, the region of film beside the specimen and aluminium has an optical density of between 1,5 and 2.

NOTE – Exposures of between 0,3 s and 0,4 s at 10 mA are typical.

Measure the thickness of the specimen to an accuracy of 0,01 mm.

Method A If the thickness is in the range $(1 \pm 0,01)$ mm then, after developing and fixing the film, compare the optical density of the image of the specimen with that of the aluminium using the densitometer (7.14.1.5).

Method B If the thickness of the specimen (T_s) is in the range $(1 \pm 0,1)$ mm then, after developing and fixing the film, measure the optical density of the image of the specimen and that of each step of the aluminium using the densitometer (7.14.1.5).

7.14.4 Treatment of results

Method A: If the optical density of the image of the specimen is less than the optical density of the image of the 1 mm aluminium step, the material is deemed to have complied with the first requirement of 5.5.

If the manufacturer has claimed a specific value for radio-opacity (see clause 8.2.3 2)) then the value for the optical density of the material and its aluminium equivalent shall be no less than 0,5 mm of the value claimed by the manufacturer.

Method B: Plot the individual optical densities of each aluminium step against the thickness of each step, (Fig. 9). Take the optical density value for the specimen of thickness T_s and determine from the plot the corresponding value of aluminium (T_a). The radio-opacity (aluminium equivalent) value of a specimen of exactly 1,0 mm thickness is then given by (T_s/T_a) . If this value is equal to or greater than 1 mm the material is deemed to have complied with the first requirement of 5.5.

If the manufacturer has claimed a specific value for radio-opacity (see clause 8.2.3 2)) then the aluminium equivalent determined above shall be no less than 0,5 mm of the value claimed by the manufacturer.

NOTE – The plot of optical density against aluminium thickness of the step wedge must be made for each radiographic exposure since minor variations may occur due to radiographic processing.

* Packaging, marking and information to be supplied by the manufacturer

NOTE – Additional information may be included at the discretion of the manufacturer or as required by legislation.

ANSI/ADA Specification No. 27 - 1993
(Revision of ANSI/ADA No. 27 - 1977)



AMERICAN NATIONAL STANDARD/
AMERICAN DENTAL ASSOCIATION SPECIFICATION NO. 27*

RESIN-BASED FILLING MATERIALS

Council on Dental Materials, Instruments and Equipment
American Dental Association
211 E. Chicago Avenue
Chicago, IL 60611

*Revised ANSI/ADA Specification No. 27 - 1993. Approved July 16, 1993. Effective July 16, 1994.

**AMERICAN NATIONAL STANDARD/AMERICAN DENTAL ASSOCIATION
SPECIFICATION NO. 27 FOR RESIN-BASED FILLING MATERIALS**

(This foreword does not form a part of Revised ANSI/ADA Specification No. 27 for Resin-based filling materials).

This revision is essential identical to ISO 4049-1988 which was approved by ISO on 1988-12-15. In accordance with the desire to have ISO and ANSI/ADA Specifications as similar as possible, this ISO Standard was circulated to the ASC MD156 Subcommittee on Direct Filling Resins for acceptance as a revision of ANSI/ADA Specification No. 27-1976.

The Subcommittee voted to accept the ISO 4049-1988 with a few exceptions. Sections that have been changed include scope, classification, depth of cure, and radio-opacity. An Appendix has also been included with additional test methods that may be used for testing of resin based filling materials. The test methods in the appendix do not, however, form a part of this specification and are included for information purposes only.

AMERICAN NATIONAL STANDARD/AMERICAN DENTAL ASSOCIATION
SPECIFICATION NO. 27 FOR RESIN-BASED FILLING MATERIALS

INTRODUCTION

This second edition of ISO 4049 takes account of the considerable volume of technical information which has accumulated since the first edition was published in 1978. Some of the tests in the first edition have been omitted and other added for the reasons given below.

This Standard does not cover requirements for materials intended for the restoration of occlusal surfaces of those intended to prevent caries. In order to make this clear, a classification system has been introduced (see clause 3). This Standard, therefore, covers class B materials, i.e. materials other than those intended for occlusal surfaces, and manufacturers are now required to classify their materials accordingly. Furthermore, in order to assist the purchaser, manufacturers are now also required (see clause 8) to describe the filler particle size range and the principal component of the resin base.

The possibility was considered that materials might be classified by filler loading or its corollary, water uptake, and solubility of the resin phase. However, collaborative testing revealed considerable overlapping of these properties in "conventional" and "microfine" materials and such a classification was not adopted.

Resin-based restorative materials activated by external energy are now well established and requirements for these materials are, therefore, included. As the materials do not have an unlimited working time in the dental surgery, a test for sensitivity to ambient light has been included (see 7.6).

Working and setting times of chemically cured materials cannot be determined accurately because of their rapid setting and varying viscosities after mixing. The test in the first edition of this Standard, using an oscillating rheometer, had poor sensitivity and gave results that could not be correlated with "clinical" working time. In this second edition the test has been replaced by one which is simple and widely applicable.

A requirement relating to modulus-dependent flexural strength has been included with the limiting value set to reveal conventional composites with poor filler/resin bonding.

Requirements have been included for materials claimed to be radio-opaque (see 4.5).

Although tests are not included in this second edition for determining non-mandatory or optional properties, such as polymerization shrinkage, it is hoped to do so in a later edition. At present more than one test may be used to determine a single such property which makes true comparisons impossible and confuses the purchaser.

5.4 Colour stability after irradiation and water sorption

When the material is tested in accordance with 7.13 and ISO 7491, no more than a slight change in colour shall be observed for filling and restorative materials. In respect of luting materials, colour stability shall be tested only in the event of a manufacturer's claim for colour stability. In the event of such a claim, no more than a slight change in colour shall be observed after the material has been tested in accordance with 7.13 and ISO 7491.

5.5 Radio-opacity

If the manufacturer claims that the material is radio-opaque [see 8.2.3.2)], the radio-opacity, determined in accordance with 7.14, shall be equal to or greater than that of the same thickness of aluminium and no less than 0,5 mm of any value claimed by the manufacturer.

Table 2 Physical and chemical property requirements for luting materials
Clauses 5.2.2, 5.2.4, 5.2.5, 5.2.6, 5.2.8 and 5.2.10

Material class	Requirement (clause)	Film thickness (5.2.2)	Working time (5.2.4)	Setting time (5.2.5, 5.2.6)	Depth of cure ^{*1} (5.2.8)	Water Sorption (5.2.10)	Solubility (5.2.10)
Class 1*		50 µm maximum	60 s minimum	10 min maximum (5.2.5)	-	40 µg/mm ³ maximum	7,5 µg/mm ³ maximum
Class 2		50 µm maximum	-	-	0,5 mm minimum (opaquer) 1,5 mm minimum (others)	40 µg/mm ³ maximum	7,5 µg/mm ³ maximum
Class 3		50 µm maximum	60 s minimum	10 min maximum (5.2.6)	-	40 µg/mm ³ maximum	7,5 µg/mm ³ maximum

^{*1} The determined value shall be no more than 10 µm above any value claimed by the manufacturer.

^{*2} In any event, the values for all materials, with exception of opaquer luting materials, shall be no more than 0,5 mm below the value stated by the manufacturer.

3 CLASSIFICATION

For the purposes of this Standard, dental resin-based restorative materials are classified as follows:

Class A: Materials claimed by the manufacturer as suitable for the restoration of cavities involving occlusal surfaces.

Class B: All other materials.

Type 1: Chemically cured materials, i.e. those materials where setting is effected by mixing an initiator and activator, but excluding those materials where setting is also effected by the application of energy (Dual cure materials.)

Type 2: External-energy-activated materials, i.e. those materials where setting is effected by the application of energy, such as blue light and including those materials which also contain a chemical initiator and activator. (Dual cure materials).

4 REQUIREMENTS

4.1 Biocompatibility

See the Introduction for guidance on biocompatibility.

4.2 Physical and mechanical properties

4.2.1 General

If the material is supplied by the manufacturer in pre-colored standard shades, each shade shall be capable of satisfying the requirements specified in 4.3 appropriate to the material type. If the material is supplied for "tinting" or "blending" to the user's prescription, the material shall comply with the requirements both when used alone and when used with the maximum recommended proportion of tinter or blender (see 8.3 g).

4.2.2 Minimum working time, type 1 materials

The working time for type 1 materials, determined in accordance with 7.4, shall be not less than 90 s.

4.2.3 Setting time, type 1 materials

The setting time for type 1 materials, determined in accordance with 7.5, shall be not more than 5 min.

4.2.4 Sensitivity to ambient light, type 2 materials

When tested in accordance with 7.6, there shall be no detectable change in the consistency of any of the three samples of type 2 materials after being exposed to the test light for 60 s.

4.2.5 Depth of cure, type 2 materials

When determined in accordance with 7.7, the depth of cure of type 2 materials shall be not less than 1 mm, and, in any event, no more than 0.5 mm below the value stated by the manufacturer.

4.2.6 Flexural strength

The flexural strength of type 1 and type 2 materials, determined in accordance with 7.8 shall be not lower than the value of $N = [(flexural\ modulus \times 0.0025) + 40]$ MPa, and, in any event, no lower than 50 MPa.

4.2.7 Water absorption and solubility, types 1 and 2 materials

When determined in accordance with 7.9, the water absorption of type 1 and type 2 materials shall not be greater than $50\mu\text{g}/\text{mm}^3$ and the solubility shall not be greater than $5\mu\text{g}/\text{mm}^3$.

4.3 Shade

When the material is assessed in accordance with 7.10 by three observers, the shade of the set material shall match closely that of the manufacturer's shade guide. If a shade guide is not supplied by the manufacturer, samples from two further batches shall be taken for comparative purposes; all three samples shall show no more than a slight change in colour.

4.4 Colour stability

When the material is assessed in accordance with 7.10, none of the three observers shall observe more than a slight change in colour.

4.5 Radio-opacity

If the manufacturer claims that the material is radio-opaque (see 7.2.3.2.b), the radio-opacity, determined in accordance with 7.11, shall be equal to 2 or more mm thickness of aluminum.

Carry out the colour comparison in accordance with 4.3 and 4.4 and ISO 7491 and ANSI/ADA Specification No. 80.

7.11 Radio-opacity

7.11.1 Apparatus

7.11.1.1 Single-phase dental X-ray unit, with a total filtration of 1.5 mm aluminum, and capable of operation at (65 ± 5) kV with suitable accessories.

7.11.1.2 Dental X-ray occlusal film of speed group D (as specified in ISO 3665), developing solution and fixer.

7.11.1.3 Aluminum plate, 2 mm thick, of about the same size as the specimen, and made of at least 99.5% pure aluminum.

7.11.1.4 Photographic densitometer capable of measuring in the range, 1.5 to 2.5.

7.11.2 Preparation of test specimens

Prepare a specimen as described in 7.9.2.1 for type 1 materials or 7.9.2.2 for type 2 materials, but the thickness of the test specimen shall be 1 ± 0.1 mm.

7.11.3 Procedure

Position the X-ray film (7.11.1.2) on a sheet of lead not less than 2 mm thick. Place the specimen and the aluminum plate (7.11.1.3) in the centre of the film.

Irradiate the specimen, aluminum plate and film with X-rays at (65 ± 5) kV at a target film distance of 400 mm for such a time that, after processing, the region of film beside the specimen and aluminum has a photographic density of between 1.5 and 2.

NOTE - Exposures of between 0.3 and 0.4 s at 10 mA are typical.

After developing and fixing the film, compare the density of the image of the specimen with that of the aluminum using the densitometer (7.11.1.4).

7.11.4 Interpretation of results

If the density of the image of the specimen is less than the density of the image of the aluminum, the material is deemed to have complied with the requirement of 4.5.