



Thèse

2025

Open Access

This version of the publication is provided by the author(s) and made available in accordance with the copyright holder(s).

Résistance à l'usure et dommages sous-jacents à la surface de différentes
résines composites utilisées pour les restaurations directes : une étude in
vitro

Cinelli, Francesca

How to cite

CINELLI, Francesca. Résistance à l'usure et dommages sous-jacents à la surface de différentes résines composites utilisées pour les restaurations directes : une étude in vitro. Doctoral Thesis, 2025. doi: 10.13097/archive-ouverte/unige:187109

This publication URL: <https://archive-ouverte.unige.ch/unige:187109>

Publication DOI: [10.13097/archive-ouverte/unige:187109](https://doi.org/10.13097/archive-ouverte/unige:187109)

Thèse préparée sous la direction du Professeur Julian Leprince

**" RÉSISTANCE À L'USURE ET DOMMAGES SOUS-JACENTS À
LA SURFACE DE DIFFÉRENTES RÉSINES COMPOSITES
UTILISÉES POUR LES RESTAURATIONS DIRECTES: UNE
ÉTUDE IN VITRO "**

Thèse
présentée à la Faculté de Médecine
de l'Université de Genève
pour obtenir le grade de Docteur en médecine
par

Francesca CINELLI
de

Firenze, Italia

Thèse n° _____

Genève

2025

TABLE DES MATIÈRES

I PARTIE FRANÇAISE	2
Résumé	3
Introduction	5
<i>Résines composites</i>	6
<i>Usure des matériaux composites</i>	9
<i>Test d'usure</i>	11
<i>Objectif de l'étude</i>	14
II PARTIE ANGLAISE	16
Abstract	17
Introduction	18
Material and methods	20
<i>Thermogravimetric Analysis (TGA)</i>	21
<i>Sliding contact fatigue</i>	22
<i>Optical profilometric analysis</i>	23
<i>Digital microscopy and SEM analysis</i>	23
<i>Statistics</i>	24
Results	25
<i>Thermogravimetric analysis (TGA)</i>	25
<i>Optical profilometric results</i>	26
<i>Digital microscopy and SEM observations</i>	27
Discussion	36
Conclusions	41
References	42

I PARTIE FRANÇAISE

Résumé

Objectif: Cette étude in-vitro visait à évaluer l'usure à deux corps et à explorer les caractéristiques d'usure de divers matériaux composites directs, chacun ayant un pourcentage de "filler load" différent mais partageant une composition de matrice de résine, une taille et un type de charges similaires.

Matériels et Méthodes: Un total de 144 échantillons en forme de disque (5 mm de diamètre, 2 mm d'épaisseur) a été fabriqué à partir de six composites résine commerciaux: ELS (49 % vol), EvoCeram (53-55 % vol), Z-250 (60 % vol), Inspiro (65 % vol), Grandio (71,4 % vol) et Clearfil Majesty Posterior (82 % vol). L'analyse thermogravimétrique (TGA) a été réalisée pour déterminer précisément la teneur en charges inorganiques des composites dentaires. Les échantillons ont été montés dans un simulateur de mastication à double axe et soumis à un test d'usure à deux corps contre un antagoniste en acier inoxydable avec un rayon de pointe de 2 mm et un angle de cône de 30° (thermocyclage 55°C/50°C, charge de 80 N, fréquence de 1,8 Hz). Les échantillons ont été divisés en trois sous-groupes (n = 8) en fonction des méthodes de vieillissement: 150 000 (a), 300 000 (b) et 600 000 (c) cycles de charge. La perte de volume a été quantifiée à l'aide de la profilométrie optique 3D (taille du pas XY de 5 μ m), et l'analyse qualitative a été réalisée à l'aide de la microscopie numérique et électronique à balayage. Certains échantillons ont été sectionnés longitudinalement pour examiner la profondeur des micro-fractures. L'analyse statistique a été réalisée à l'aide d'une analyse de variance à deux facteurs, avec une vérification de la normalité à l'aide du test de Kolmogorov-Smirnov (niveau de signification: 0,05) et une évaluation de l'homogénéité des variances à l'aide du test de Levene.

Résultats: L'analyse profilométrique a montré des différences significatives dans la perte volumétrique entre les groupes. L'analyse microscopique a révélé des motifs d'usure avec des microfissures sous-surface concentrées dans la zone d'arrêt de l'indenteur, mais aucun micro-piqûre chimique n'a été observé.

Conclusions: La résistance à l'usure variait parmi les composites testés, ce qui indique que d'autres facteurs que le "filler load" peuvent influencer les propriétés mécaniques du matériau.

Introduction

L'étude de l'usure des matériaux composites résineux trouve une application et une importance croissantes dans la pratique odontologique moderne, en particulier dans la réhabilitation dentaire des patients souffrant de dysfonctionnements masticatoires. La capacité des matériaux composites à préserver leur intégrité structurelle et fonctionnelle sous stress masticatoire, ainsi que dans les conditions spécifiques de la cavité buccale, caractérisées par l'humidité, les variations de pH et de température, est cruciale pour garantir leur durabilité et leur succès à long terme.

L'usure, représentant un mode de défaillance potentiel, peut compromettre de manière significative la longévité et l'efficacité des restaurations dentaires, rendant sa compréhension et sa gestion essentielles dans la conception et l'utilisation des matériaux dentaires. Malgré les progrès réalisés dans la composition des matériaux, notamment en termes de forme, taille et volume des charges, le problème de l'usure reste partiellement irrésolu. Des études récentes montrent que les taux de défaillance sont plus élevés pour les restaurations postérieures de grande taille, et que l'usure demeure un facteur de défaillance significatif, notamment chez les patients bruxomanes ou présentant un serrage dentaire excessif.¹⁻⁵ Selon une revue systématique⁶, sur une période d'observation de 10 ans, au moins 5 % des restaurations en résine sur les dents postérieures subissent une défaillance structurelle due à la fracture du matériau, tandis qu'environ 12 % montrent des signes évidents d'usure. Une usure excessive compromet non seulement l'intégrité du matériau composite, mais peut également engendrer des effets négatifs, tels que la perte de contact occlusal, une esthétique altérée et une fonctionnalité réduite.^{5,4,7-9} Ainsi, l'un des principaux défis de la recherche est de développer des matériaux composites imitant les propriétés de l'émail naturel, garantissant à la fois une résistance optimale à l'usure et une abrasion limitée des surfaces dentaires antagonistes. Une telle approche permettrait d'améliorer la durabilité des restaurations tout en préservant la dentition naturelle des patients, assurant des résultats fonctionnels et esthétiques supérieurs.^{5,4,9,10}

Ces considérations mettent en évidence que le problème de l'usure des composites résineux n'est pas totalement résolu et nécessite des recherches approfondies pour améliorer les performances cliniques, assurant des résultats optimaux, en particulier dans les cas complexes nécessitant la restauration de dentitions compromises ou fortement usées.

Résines composites

L'analyse de l'impact de l'usure sur les matériaux composites et l'identification des éléments spécifiques impliqués nécessitent une compréhension approfondie de leur composition. Les composites dentaires sont composés d'une matrice polymérique, représentant la partie organique; de charges de renforcement, qui améliorent les propriétés mécaniques et confèrent une plus grande résistance au matériau; d'un agent de couplage silanique, essentiel pour assurer l'adhésion entre la matrice et les charges; ainsi que de substances chimiques spécifiques qui activent ou modulent le processus de polymérisation.

La matrice polymérique constitue la composante organique. Le monomère de base prédominant utilisé dans les composites dentaires commerciaux est le bis-GMA.¹¹ Dans les années 1960, le Dr Bowen remplaça le méthacrylate de méthyle (MMA) par des monomères de diméthacrylate, principalement le bisphénol A-glycidyl methacrylate (Bis-GMA).¹² Ces matériaux sont devenus populaires pour un usage clinique dans les années 1970.¹³ Pendant des décennies, la molécule de Bis-GMA est restée le principal composant des composites dentaires. Le Bis-GMA est extrêmement visqueux et nécessite une dilution avec des diméthacrylates de faible poids moléculaire, tels que le triéthylène glycol diméthacrylate (TEGDMA) ou le 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA). Ces composants améliorent la polymérisation et les propriétés générales du matériau.¹⁴ Les matrices à base de diméthacrylate génèrent des molécules hautement réticulées, garantissant d'excellentes propriétés mécaniques, une faible absorption d'eau et une solubilité relativement réduite, ainsi qu'une capacité à intégrer une charge de remplissage élevée et une bonne translucidité. Ces caractéristiques se traduisent par des performances cliniques supérieures par rapport aux premiers matériaux acryliques.^{15,16}

Outre la matrice résineuse, l'autre composant fondamental des résines composites est le remplissage. Les charges de renforcement, qui constituent la partie inorganique, sont principalement composées de céramique, quartz et silice. Le remplissage influence directement les propriétés mécaniques du matériau: il augmente la résistance à la compression, à la traction et à l'usure du composite. De plus, il permet de réduire le contenu en monomères et, par conséquent, la contraction due à la polymérisation, tout en optimisant la radio-opacité, améliorant ainsi l'esthétique et les propriétés de manipulation.

Les modifications les plus significatives apportées à la composition des composites au fil des ans concernent principalement le remplissage, notamment la taille des particules de charge, réduite pour améliorer l'esthétique, la polissabilité et la résistance à l'usure (Figure 1).¹⁷

Les composites conventionnels avaient des particules dont la taille moyenne dépassait largement 1 μm , avec des charges atteignant ou dépassant 50 μm . Ces matériaux "*macrofill*" étaient très résistants mais difficiles à polir et incapables de maintenir une surface lisse. Pour répondre aux exigences esthétiques à long terme, les fabricants ont introduit des composites dits "*microfill*", bien que ce terme ait été inapproprié à l'époque. Ces matériaux étaient en réalité des nanocomposites, avec une taille moyenne des particules d'environ 40 nm.

En réduisant la taille des particules, le polissage et la brillance étaient améliorés, mais la réduction de la taille des charges et l'augmentation conséquente du rapport surface/volume limitaient la quantité de charges pouvant être incorporée, entraînant une diminution de la maniabilité et des propriétés mécaniques. Le niveau de charges dans ces matériaux était donc faible, mais il pouvait être augmenté en incorporant des charges de résine prépolymérisée hautement remplies (PPRF) dans la matrice, auxquelles étaient ajoutées des particules supplémentaires de "*microfill*".

Malgré les tentatives d'amélioration de leur composition, les composites "*microfill*" restaient polissables, mais généralement fragiles en raison de leur faible contenu en charges. Un compromis était nécessaire pour obtenir une résistance adéquate tout en améliorant la polissabilité et l'esthétique. Par conséquent, la formulation a été modifiée pour produire ce qui a été finalement appelé des composites "*hybrid*". Leur composition incluait des particules issues des composites traditionnels "*macrofill*", dont la taille avait été réduite grâce à un broyage supplémentaire, ainsi qu'une fraction de "*microfillers*" de silice pyrogénique d'une taille d'environ 40 nm.

Les composites "*hybrid*" ont ensuite été différenciés selon la taille des particules. En effet, des perfectionnements supplémentaires dans la taille des particules, rendus possibles par des techniques de fraisage et de broyage améliorées, ont permis de produire des composites contenant des particules submicrométriques, avec une taille moyenne d'environ 0,4 à 1,0 μm , initialement appelés "*minifill*"¹⁸ et finalement désignés sous le nom de "*microhybrid*".

Ces matériaux sont généralement considérés comme des composites universels, car ils peuvent être utilisés pour la plupart des applications antérieures et postérieures grâce à leur combinaison de résistance et de polissabilité. L'innovation suivante a été le développement des composites "*nanofill*", contenant uniquement des particules à l'échelle nanométrique. La plupart des fabricants ont modifié les formulations de leurs microhybrides pour inclure davantage de nanoparticules et, potentiellement, des charges de résine prépolymérisée similaires à celles présentes dans les composites "*microfill*", appelant ce groupe "*nanohybrid*".

De manière générale, il est difficile de distinguer les "*nanohybrid*" des "*microhybrid*". Leurs propriétés, telles que la résistance à la flexion et le module d'élasticité, tendent à être similaires.¹⁹

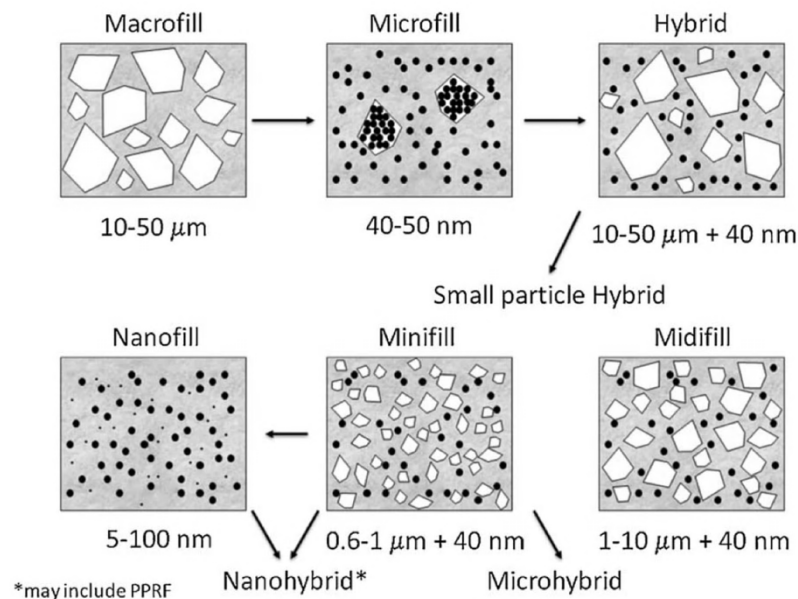


Figure 1. L'évolution au fil du temps des formulations des résines composites dentaires, en référence aux modifications des particules de charge.¹⁷

La distribution et la quantité des charges influencent significativement les caractéristiques des composites, y compris leur résistance à l'usure. Une augmentation du contenu en charges améliore généralement la résistance à l'usure, grâce à une meilleure dispersion des contraintes et à la réduction de la surface non protégée de la matrice résineuse. Des études précédentes ont rapporté qu'en augmentant la fraction volumique des charges, la résistance à l'usure *in vitro* s'améliore. Condon et Ferracane ²⁰ ont souligné que l'effet du contenu en charges sur la résistance à l'usure suit une relation linéaire, une observation également confirmée dans d'autres études. ²¹⁻²³ En effet, des volumes élevés de charges réduisent les taux d'usure en augmentant les coefficients de frottement entre la matrice et les particules de charges, ce qui entraîne une quantité moindre de résine non protégée par les particules de charges. ²⁰

Cependant, le comportement à l'usure des composites résineux est un système plus complexe, influencé par divers facteurs liés à la composition des matériaux: les caractéristiques et le volume des charges, les propriétés de la matrice, le degré de conversion, la liaison à l'interface charges-matrice, ainsi que l'abrasivité relative des charges par rapport à la matrice. ^{4, 18, 24-32} En effet, dans d'autres études, la relation linéaire entre le contenu en charges et le taux d'usure n'a pas été pleinement confirmée. ^{3, 4, 33, 34}

Usure des matériaux composites

L'*Institution of Mechanical Engineers* a défini l'usure comme «la perte progressive de matière résultant de l'interaction mécanique entre deux surfaces en contact, qui sont en mouvement relatif ». L'usure se produit selon quatre mécanismes principaux: usure adhésive, abrasive, par fatigue et corrosive (Figure 2). ^{4, 5, 35, 36} Les mécanismes qui contribuent de manière significative au processus d'usure des composites sont l'abrasion et l'usure par fatigue.

L'usure abrasive est le mécanisme d'usure prédominant dans les matériaux composites en résine. Elle se produit lorsque des aspérités dures pénètrent dans des surfaces plus molles. Ces aspérités peuvent faire partie intégrante d'une surface (par exemple, les particules de charge qui dépassent d'un composite dentaire), ou bien être des particules séparées qui se trouvent coincées entre les surfaces. Le premier type d'abrasion est défini comme abrasion à deux corps, tandis que le second est appelé abrasion à trois corps. Le processus distinctif de

l'usure abrasive implique le phénomène du « plowing » ou « abourage », caractérisé par la présence de rainures définies dans la direction du glissement.^{5, 4, 5, 35} En plus du labourage, l'usure abrasive se manifeste également par le phénomène du « microcutting » sur les surfaces ductiles et la « fragmentation » sur les matériaux fragiles. Le « microcutting » se produit lorsqu'un matériau est séparé de la surface sous forme de débris primaires sans déplacement latéral des sillons. La « fragmentation » se produit lorsqu'un matériau est séparé d'une surface par un processus de coupe, et l'abrasif exerçant une pression induit une fracture localisée du matériau soumis à l'usure.^{5, 36}

L'usure par fatigue, quant à elle, se produit lorsqu'un matériau est affaibli par une charge cyclique, entraînant le développement de microfissures, principalement perpendiculaires à la direction du glissement, qui peuvent être superficielles ou sous-superficielles. La force de friction, causée par le glissement, génère des contraintes de cisaillement à l'interface de contact, des contraintes de traction sont générées sur le bord de sortie de l'indenteur glissant, et des contraintes de compression se développent avant le mouvement. Ainsi, la nucléation et la propagation des fissures sont favorisées par le mouvement cyclique, ce qui finit par entraîner la propagation des fissures à la surface, provoquant finalement une délamination et une perte de matériau dans les zones adjacentes.^{4, 5, 35, 36}

L'usure corrosive et adhésive sont des phénomènes considérés comme plus négligeables, en particulier dans les tests in vitro. La corrosion peut être attribuée à l'exposition à l'environnement (variations de pH). Dans la cavité buccale, les restaurations sont exposées à une variété de substances corrosives dérivées des aliments, des boissons, des bactéries et de la salive. Cependant, dans les tests in vitro, cette condition n'est pas toujours répliquée.^{4, 5, 35,}

³⁶

L'usure adhésive se manifeste entre des surfaces en contact ou lorsqu'il y a un transfert indésirable de matériau ou de débris d'usure d'une surface à l'autre. L'usure résultant de l'adhésion des surfaces de couplage est concevable, cependant son impact est considéré comme négligeable dans des conditions de lubrification, comme cela se produit dans l'environnement oral grâce à la salive.^{4, 5, 32, 35, 36}

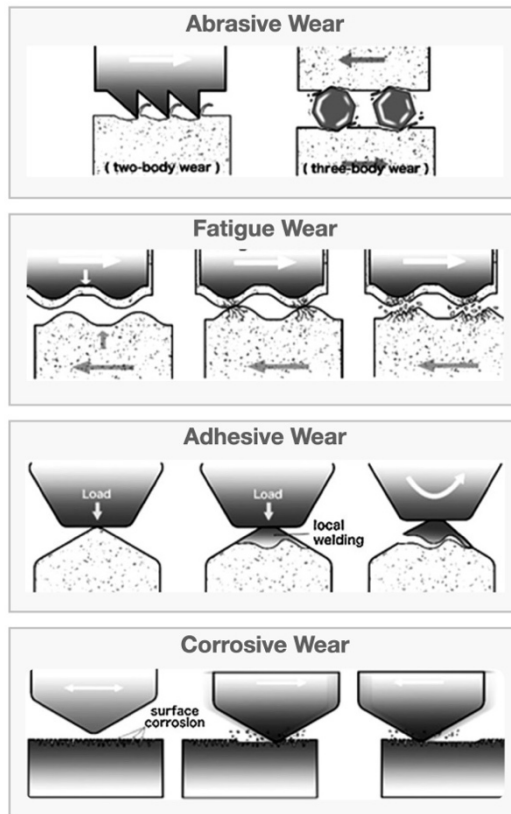


Figure 2. L'image montre les différents mécanismes du phénomène d'usure.⁴

Test d'usure

En 2001, l'Organisation internationale de normalisation (ISO) a publié une spécification technique sur la "Guide des tests d'usure", décrivant huit méthodes de test différentes pour l'usure à deux et/ou trois corps.^{29, 30, 37}

Les différentes méthodes de test varient en fonction de la charge, du nombre de cycles et de leur fréquence, du milieu abrasif, du type d'actionneur de force, du mouvement de glissement, etc. Actuellement, seuls trois simulateurs de mastication utilisant deux axes de mouvement vertical et horizontal répondent aux critères d'un dispositif qualifié: le simulateur de mastication Willytec,³⁸ le simulateur de mastication MTS^{39, 40} et le simulateur d'usure dentaire Bose ElectroForce 3330.²⁹

Étant donné que tous les simulateurs et méthodes d'usure suivent des approches différentes, basées sur des concepts opérationnels différents, les résultats ne peuvent pas être comparés. Cela a été démontré lors d'un test en rond de robin aveugle (les centres de test ne savaient

pas quel matériau ils testaient) sur 9 matériaux (7 composites, 1 céramique, 1 amalgame), évalués avec 6 méthodes différentes (ACTA, Alabama, Ivoclar, Monaco, OHSU, Zurich).⁴¹ L'un des meilleurs compromis en termes de coût et d'efficacité est le simulateur de mastication à deux axes commercialisé, Willytec (SD Mechatronik, Allemagne). Des tests systématiques ont montré que la reproductibilité des résultats, la facilité de modification des paramètres de test, les coûts et la maintenance sont tous dans une plage acceptable.²⁹ Ce simulateur de mastication fonctionne avec des poids morts placés sur des barres verticales, qui sont abaissées par un servomoteur. De plus, un mouvement latéral peut être intégré dans la méthode d'usure. Les axes vertical et horizontal sont contrôlés par ordinateur. La vitesse et la longueur de tous les mouvements peuvent être modifiées, et le simulateur peut également être utilisé pour des tests de fatigue. Le simulateur de mastication est équipé de 2/4/8 chambres, de sorte que 2/4/8 échantillons peuvent être testés simultanément. Le simulateur peut être combiné de manière optionnelle avec un inondation et une évacuation simultanée de chaque chambre avec de l'eau à différentes températures (par exemple pour les cycles thermiques).²⁹

Les facteurs suivants qui influencent l'usure doivent être pris en compte lors de l'exécution des tests:

-Rugosité de la surface de l'échantillon: la rugosité de la surface des échantillons avant de réaliser l'usure devrait être standardisée, bien que l'influence semble être faible.⁴²

-Nombre d'échantillons: la dispersion des résultats, exprimée par le coefficient de variation (moyenne divisée par l'écart type), détermine le nombre d'échantillons nécessaires pour différencier statistiquement les matériaux. La variabilité des résultats du test reflète principalement la qualité du dispositif de test d'usure, mais la qualité des échantillons peut également contribuer à cette variabilité. Plus un dispositif est construit de manière robuste et plus les paramètres de test reproductibles tels que la force, la vitesse de la pointe, etc. peuvent être maintenus, moins la variabilité sera importante.³⁸

-Force de charge: des forces plus élevées produisent plus d'usure. Cependant, la relation ne semble pas être linéaire. Il pourrait même y avoir un certain seuil au-delà duquel une augmentation de la force de charge n'entraîne plus une augmentation de l'usure.³⁸

-Type de matériau de la pointe: l'émail devrait être le matériau de choix pour sa pertinence. Mais il n'est pas possible de standardiser la composition d'un substrat biologique et les dents extraites sont souvent rares, ce qui rend nécessaire l'utilisation de matériaux alternatifs. Par exemple, la céramique renforcée de leucite pressable IPS Empress est un matériau adapté à cet effet et génère un taux d'usure similaire à celui d'une pointe en émail de la même forme.⁴³

-Dimensions et forme de la pointe: une pointe aiguisée produit plus d'usure qu'une pointe en forme de boule, car une pointe en forme de boule a une plus grande surface de contact entre la pointe et le matériau par rapport à une pointe aiguisée, produisant ainsi moins de contraintes de fatigue sur le matériau.^{38, 44, 45}

-Glissement de la pointe: le glissement est une composante essentielle d'une méthode de test d'usure pour soumettre le matériau à une microfatigue.⁴⁶

-Vitesse de descente/élévation de la pointe: la vitesse à laquelle la pointe entre en contact avec la surface de l'échantillon crée une impulsion de force, qui varie selon la vitesse. Si des poids sont utilisés pour exercer une force, la force générée sur le matériau est le produit du poids et de la vitesse de descente ($F = m \times a$, N).

-Lubrifiant: les lubrifiants, tels que la salive artificielle, réduisent l'usure car ils abaissent le coefficient de friction. Un changement constant d'eau élimine les particules usées de la zone d'interaction entre la pointe et le matériau, réduisant ainsi l'effet du matériau usé, qui pourrait autrement agir comme un moyen abrasif.

-Nombre de cycles: l'usure augmente avec l'augmentation du nombre de cycles. La plupart des méthodes de test d'usure in vitro montrent une phase de rodage avec une forte augmentation de l'usure au début et un aplatissement de la courbe d'usure par la suite.

-Milieu abrasif: un milieu abrasif peut réduire l'usure par rapport à l'eau.²⁰ De plus, la composition et le type de milieu abrasif influencent le taux d'usure.^{47, 48}

La simulation de l'usure devrait suivre des principes physiques: la simulation de l'usure devrait imiter les phénomènes tribologiques se produisant dans la bouche de manière standardisée.²²

Une méthode d'usure ne devrait pas seulement être valide en interne, ce qui signifie que les résultats pour le même matériau testé à deux moments différents sont similaires, mais la méthode d'usure devrait également être valide en externe, ce qui signifie que les résultats sont

corrélés avec ceux des résultats in vivo. Les données brutes sur l'usure clinique des matériaux de restauration ont été utilisées pour corréler les résultats cliniques d'usure avec ceux des méthodes d'usure les plus fréquemment citées. ⁶ Une corrélation modérée a été trouvée pour OHSU (abrasion). Il n'y a pratiquement pas de corrélation pour la méthode ACTA et une faible corrélation pour les méthodes Alabama, Ivoclar, Monaco et Zurich. La combinaison de différentes méthodes n'a pas amélioré la corrélation. ⁴⁹

Objectif de l'étude

L'amélioration des propriétés mécaniques et de la durabilité des matériaux composites résineux reste un thème central dans la recherche odontologique. Les matériaux composites, grâce à leur polyvalence et à leur capacité à s'adapter aux besoins esthétiques et fonctionnels des patients, sont largement utilisés en odontologie, en particulier pour les restaurations dentaires antérieures et postérieures. Cependant, leur longévité et le maintien des performances fonctionnelles au fil du temps demeurent des éléments cruciaux, notamment en ce qui concerne l'usure, l'un des principaux facteurs susceptibles d'affecter l'intégrité à long terme.

La résistance à l'usure des matériaux composites est directement influencée par la composition et la microstructure, en portant une attention particulière à la taille et au contenu du chargeur, ainsi qu'aux propriétés de la matrice résineuse. Malgré les avancées technologiques, l'usure demeure un phénomène significatif, qui peut compromettre la longévité des restaurations et la fonctionnalité de la dentition, en particulier chez les patients ayant des habitudes parafunctionnelles.

Partant de ces considérations, l'objectif de cette étude in vitro était d'évaluer l'usure à deux corps du comportement à l'usure de six résines composites différentes disponibles sur le marché. Les six matériaux sélectionnés présentent une teneur en charge différente, mais partagent une composition homogène de la matrice résineuse, ainsi qu'une composition et une taille de charge similaires. Ce choix méthodologique a été fait pour isoler le facteur "filler load" et comprendre son influence sur le comportement à l'usure. L'hypothèse nulle suppose

l'absence de différences significatives entre les matériaux testés concernant leurs propriétés d'usure in vitro.

II PARTIE ANGLAISE

Abstract

Objective: This in-vitro study aimed to assess two-body wear and explore the wear characteristics of various direct composite materials, each differing in filler load percentage but sharing similar resin matrix composition, filler size, and type.

Materials and Methods: A total of 144 disc-shaped specimens (5 mm diameter, 2 mm thickness) were fabricated from six commercially available resin composites: ELS (49% vol), EvoCeram (53-55% vol), Z-250 (60% vol), Inspiro (65% vol), Grandio (71.4% vol), and Clearfil Majesty Posterior (82% vol). Thermogravimetric analysis (TGA) was conducted to precisely determine the inorganic filler content of dental composites. Specimens were mounted in a dual-axis chewing simulator and subjected to a two-body wear test against a stainless-steel antagonist with a 2mm tip radius and 30° cone angle (thermocycling 55°C/50°C, 80N load, 1.8Hz frequency). The specimens were divided into three subgroups (n=8) based on aging methods: 150,000 (a), 300,000 (b), and 600,000 (c) loading cycles. Volume loss was quantified using 3D optical profilometry (XY step size of 5 μ m), and digital and scanning electron microscopy provided qualitative analysis. Some specimens were sectioned longitudinally to examine the depth of microfractures. Statistical analysis was performed using a two-way ANOVA, with normality checked via the Kolmogorov-Smirnov test (significance level: 0.05) and homogeneity of variance assessed using Levene's test.

Results: Profilometric analysis showed significant differences in volumetric loss across groups. Microscopic analysis revealed wear patterns with sub-surface microcracks concentrated at the indenter's arresting area, but no chemical micro-pitting was observed.

Conclusions: Wear resistance varied among the tested composites, indicating that factors besides filler load may influence the material's mechanical properties.

Introduction

Tooth wear is a condition influenced by multiple factors that leads to dental hard tissues loss and debridement. Erosion (chemical wear), attrition and abrasion (mechanical wear) are involved in dental wear, they don't act individually but most of the time they occur simultaneously.^{9, 50-52} Many others individually factors work together to determine the amount of wear.⁹ Recent evidence suggests that tooth wear affected more than 25% of young adults^{9, 53-56} and higher degrees of tooth wear show a strong correlation with advancing age.^{9, 57, 58} Tooth wear cause irreversible damage and therefore its importance in preserving the long-term health of the dentition is steadily growing.^{29, 50, 59, 60}

So far, there are no standard protocols to deal with tooth wear. Several approaches have been proposed to rehabilitate worn dentition, resorting to direct or indirect technique and different materials. According to the current literature, there is no evidence on the better efficacy of one procedure or material, but a minimally invasive approach is recommended in treating tooth wear.⁹

The intervention plan, in the rehabilitation of worn dentition, is highly individualized. It is subordinate to innumerable functional, aesthetic, economic and personal factors, that obviously vary from patient to patient and are also related to operator skills. As for the choice of material, both ceramics and composite resin are commonly employed in this minimally invasive rehabilitation. Despite the advantages of ceramic materials, related to superior aesthetic and mechanical properties, limitations are subordinate to a more elaborate handling process. The use of ceramics requires the resort to indirect techniques, they are difficult to repair, they involve higher costs and a greater number of chair-side sessions. Resin composites have become a suitable alternative for worn teeth minimally invasive treatments.^{59, 61-64} Although composite materials present physical limitations in terms of cohesive strength, oral degradation, and color stability, they provide good clinical performance at a lower cost, easier handling, and repairability.

The use of direct composite in the treatment of worn dentition is strictly subordinated to mechanical characteristics, especially the wear behaviour. Wear resistance of dental resin

composites may appear to be a solved problem, thanks to the filler shape, size and volume improvements made over the years. However, evidence shows that failure rates are higher for large posterior restorations, and that wear may still be a significant mode of failure to be considered, especially in patients with bruxism or clenching behavior.¹⁻⁵ A systematic review by Heintze ⁶ revealed that over a 10-year observation period, at least 5% of posterior resin restorations fail due to material fractures, while approximately 12% exhibit noticeable wear. Excessive wear rate may not cause only deterioration of the material itself but also other undesirable effects, such as loss of the occlusal contact, compromised esthetics and function in the rehabilitation of worn dentition. ^{4, 5, 7-9}

Among the variables affecting the wear characteristics of resin composites, the characteristics of filler have been extensively discussed. According to some authors²⁰⁻²³ high filler loads lower the wear rates, because of the reduced amount of resin unreinforced by fillers. However, in some papers, there was no direct link found between filler content and wear rates.^{3, 33, 34} In fact size, type and morphology of fillers have also been reported to have an impact on the composite wear rate, besides type of resin matrix, filler-matrix bond, and degree of conversion. ²⁶⁻³⁰

Starting from these considerations, the aims of this in-vitro study were to assess the two-body wear and to analyse wear behaviour of six different direct composite materials characterized by increasing filler load content but homogenous resin matrix composition, filler content size and type. *The null hypothesis was that there are no significant differences between tested materials concerning in-vitro wear properties.*

Material and methods

Six commercially available light-curable resin composites, currently in use for direct restorations, were selected (Table 1). The selected materials have similar compositions with a Bis-GMA-based matrix. Based on the filler-size classification, they are commonly named “*nano-hybrids*”. This expression indicates resin composite containing a fraction of nano-particles (<100 nm) and of sub-micron particles ($\leq 1 \mu\text{m}$, typically averaging $0.5\text{--}1.0 \mu\text{m}$).¹⁷ However, even if defined as “*nano-hybrids*” they contain significant percentage of larger size ($>1 \mu\text{m}$) fillers. Given this, they should probably be defined more correctly as “mid-fill hybrid composites”¹⁷ or “non-homogeneous micro-hybrid composites”, as they contain traditional inorganic filler (ceramic/glass) with average particle sizes just above $1 \mu\text{m}$, along with a fraction of 40 nm micro-fillers. The increasing filler load (% vol) is the factor that characterizes the six chosen composites: ELS (ELS), 49% vol (Saremco Dental AG, Switzerland); EvoCeram (EC), 53-55% vol (Ivoclar, Liechtenstein); Z-250 (Z), 60% vol (3M ESPE, USA); Inspiro (I), 65% vol (Edelweiss DR, Switzerland); Clearfil Majesty Posterior (M), 82% vol (Kuraray Dental, Japan); and Grandio (G), 71,4% vol (Voco, Germany). A total of 144 disk-shape ($\varnothing$ 5 mm) specimens were fabricated. A cylindrical metal mold measuring 2.5 mm in thickness and 5.0 mm in internal diameter was employed to fabricate the

specimens. The material was overfilled into the mold and then compressed with a glass plate to achieve smooth, circular surfaces. The composite within the mold was cured for 60 seconds, with the curing unit’s tip (Bluephase 10, High Power Program 1200 mW/cm^2 , Ivoclar, Schaan, Liechtenstein) placed in direct contact with the glass. This ensured complete polymerization while minimizing oxygen inhibition. After the disc was removed from the mold, irregularities and excess material were removed using abrasive discs (Sof-Lex Pop-on 2381 C and M, 3M, St. Paul, MN, USA). The side of the disc, polymerized in contact with the glass, was then fine polished with diamond lapping plates, using discs with different grains in succession (1200, 2400 and 4000 grit), in order to obtain a final thickness of $2 \pm 0.1 \text{ mm}$. The other side of the disc, which will have to be cemented, was roughened by sandblasting. The specimens were cemented onto cylindrical acrylic resin rods (Technovit 4071, Kulzer, Hanau, Germany) using a resin-based dual auto-adhesive luting cement (RelyX

Unicem 2 Automix, 3M, St Paul, MN, USA). Photopolymerization of 60 sec of the luting agent was carried (Bluephase 10, High Power Program 1200 mW/cm², Ivoclar, Schaan, Liechtenstein). Following cementation, the specimens were kept in distilled water at 37 °C for seven days to allow for ongoing polymerization and cement hydration.

Table 1. List of materials tested, and their compositions as provided by manufacturers.

Commercial Name	Manufacturer	Matrix composition	Inorganic Filler Content (%vol)	Inorganic Filler Content (%Wt)	Filler composition
<i>ELS (ELS)</i>	SAREMCO (Rebstein, Switzerland)	BisGMA, BisEMA.	49	74 wt. %	Barium glass and silica 40nm – 3µm.
<i>Tetric EvoCeram (EC)</i>	Ivoclar (Schaan, Liechtenstein)	UDMA, Bis-GMA, ethoxylated Bis-EMA.	53 – 55	75-76	Inorganic fillers (40nm - 3µm): barium glass, ytterbium trifluoride, mixed oxide (SiO ₂ /ZrO ₂).
<i>Filtek Z250(Z)</i>	3M (Saint Paul, USA)	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA.	60	84,5	Zirconia and silica. 0.01µm to 3.5µm with an average particle size of 0.6µm.
<i>Inspiro (I)</i>	Edelweiss DR (Zug, Switzerland)	Bis-GMA based resin.	65	83	Barium dental glass. Particle size range: 20nm to 3 µm.
<i>Grandio (G)</i>	VOCO GmbH (Cuxhaven, Germany)	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA.	71.4	87	Ba–Al–borosilicate glass filler (1 µm), nanofillers (SiO ₂) 20–50 nm.
<i>Clearfil Majesty Posterior(M)</i>	Kuraray Dental (Tokyo, Japan)	Bis-GMA, TEGDMA, hydrophobic aromatic dimethacrylate.	82	92	Glass ceramics/alumina microparticles. Inorganic fillers ranges from 20nm to 7.9 µm..

Thermogravimetric Analysis (TGA)

Thermogravimetric analysis (TGA) was conducted to determine the inorganic filler content (Wi) of dental composites, following protocols outlined by Randolph⁶⁵. Two lots per composite were analyzed, with a single TGA measurement performed for each lot. Approximately 10–15 mg of finely powdered sample, prepared using an agate mortar, was placed in a platinum crucible.

A TGA Q500 instrument (TA Instruments, USA) was used. Samples were heated from 25°C to 900°C at a rate of 10°C/min. Nitrogen (40 mL/min) was used up to 600°C to prevent

oxidative degradation, followed by oxygen (40 mL/min) from 600°C to 900°C to combust residual organic material. Calibration was performed with standard weights and alumina. Mass loss during decomposition was used to quantify the organic content, while residual mass at 900°C represented inorganic fillers. Results were reported as individual values for each lot.

Sliding contact fatigue

In order to reproduce wear, a dual axis chewing simulator (CS-4.8, SD Mechatronik GmbH, Feld- kirchen-Westerham, Germany) was used and specimens were exposed to the two-body wear test. A stainless-steel cone, featuring a 2.0 mm tip radius and a 30° cone angle, was utilized as the antagonist to apply the load to the specimens. The specimens were exposed to a vertical force of 49 N and subjected to a cyclic motion that combined both vertical and horizontal movements. The vertical displacement amplitude was set at 2 mm, while the lateral movement had an amplitude of 4 mm. A schematic representation of the test setup and the wear-testing parameters is presented in Figure 3.

In each composite group, all the specimens were further divided into three subgroups (n=8), according to the aging method, respectively for 150,000 (a), and 300,000 (b) and 600,000 (c) loading cycles. Simultaneously, the specimens were thermally stressed (5-55 °C, 60 s each cycle) using distilled water.

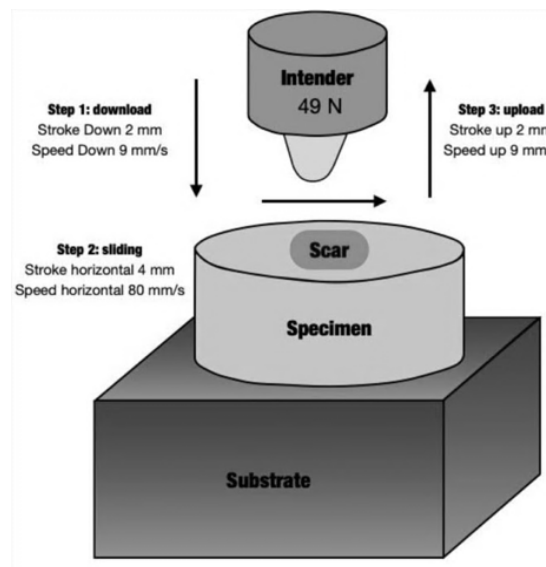


Figure 3. The test setup and wear-testing parameters are illustrated schematically.

Optical profilometric analysis

To evaluate the volume loss, 3D optical profilometric analysis was carried out. A high-resolution confocal optical profilometer (CT 100, Cyber Technologies, Eching, Germany) was employed, offering a vertical resolution of $0.02\ \mu\text{m}$ and XY step sizes of $5\ \mu\text{m}$ for measurements. Specimens surfaces were analysed after the wear test, and the dimensions of the wear scars were evaluated (Figure 4).

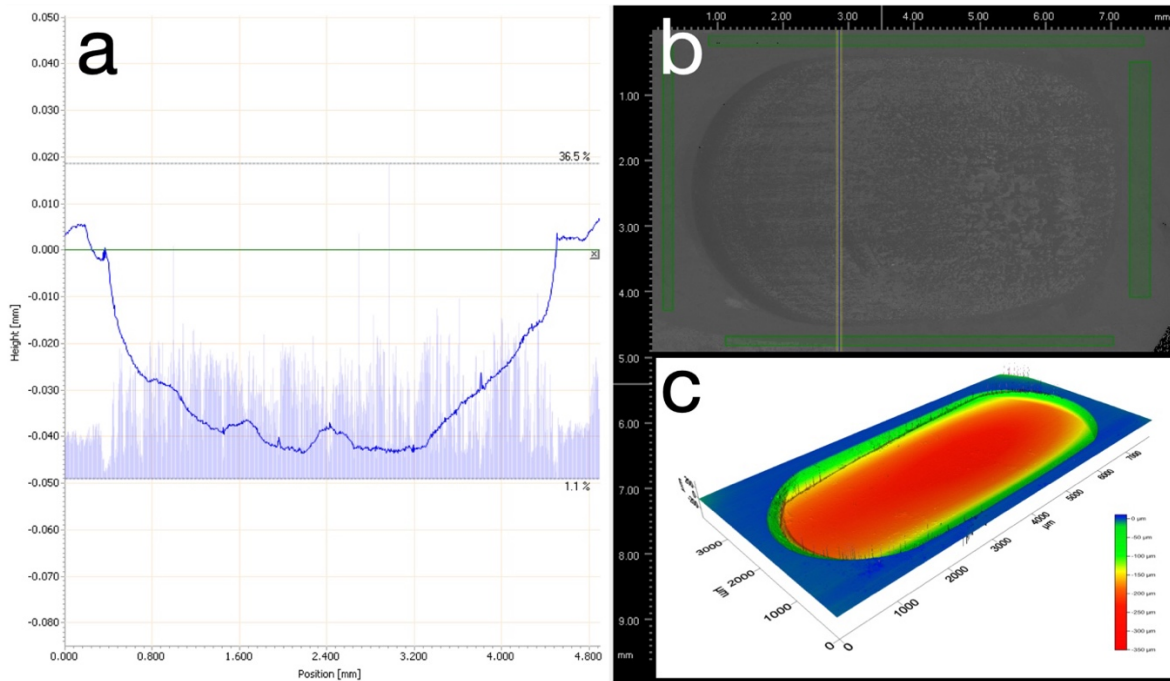


Figure 4. Optical profilometric analysis. (a) Depth profiles of the wear scar (blue line) of a specimen of EC, at 300.000 cycles showing the location where the profiles are acquired in (b). (c) A typical 3D-reconstruction of wear scar.

Digital microscopy and SEM analysis

To conduct a qualitative analysis of the specimens, digital and scanning electron microscopy were applied. The surface characteristics of the wear scars were examined using a digital microscope with a wide depth of field (VHX 5000, Keyence, Itasca, USA). A polished surface surrounding the wear crater facilitated a clear view of its edges, surface features, and defects. The wear scar was further analyzed under transmitted light to highlight the sub-surface features, including crack systems.

Some specimens were sectioned, using a low-speed diamond saw, longitudinally to the wear scar, to examine microfractures depth and trend.

Two specimens of each group were selected, gold coated, and examined with SEM analysis (Sigma 300, Zeiss, Jena, Germany).

Statistics

The statistical analysis was conducted using a two-way analysis of variance using Negative volume (mm^3) as the response variable and composites and fatigue cycles as factors. The normality assumption required for the application of the method was verified using the Kolmogorov and Smirnov normality test (significance level: 0.05) while the homogeneity of variance was verified using the Levene's test. The analyses were conducted with the statistical analysis software Minitab 19 by Minitab LLC.

Results

Thermogravimetric analysis (TGA)

The thermogravimetric analysis (TGA) results revealed significant differences in inorganic filler content (Wi) across the tested dental composites (Table 2). Two lots were analyzed per material, with each lot measured individually. The residual mass values (Wi) ranged from 88.4% in ClearFill Majestics Posterior to 71.9% in Tetric EvoCeram, reflecting the variability in filler loading tailored to clinical applications.

Minimal batch variability was observed for most materials, as evidenced by low standard deviations ($SD < 0.6\%$). The thermal decomposition profiles were consistent across composites, with weight loss occurring predominantly between 300°C and 600°C due to organic resin degradation. Residual mass beyond 600°C corresponded to thermally stable fillers, including silanated silica, alumina, and glass ceramics.

The TGA results confirmed the manufacturers' claims, revealing distinct trends in filler content and batch consistency among tested materials.

Table 2. Inorganic filler content quantified by TGA.

Commercial Name	Manufacturer	Lot Number	Mass Change (%)	Residual Mass (%) per lot	Average Inorganic Filler Content (wt.%) and SD
ELS (ELS)	SAREMCO (Rebstein, Switzerland)	E845	-26,43	73,6	73,4±0,2
		F102	-26,74	73,3	
Tetric EvoCeram (EC)	Ivoclar (Shaan, Liechtenstein)	Z04KST	-28,09	71,9	72,1±0,2
		Z06404	-27,77	72,2	
Filtek Z250(Z)	3M (Saint Paul, USA)	10124581	-20,9	79,4	79,1±0,3
		10319970	-21,1	78,9	
Inspiro (I)	Edelweiss DR (Zug, Switzerland)	290605	-22,75	77,3	77,7±0,6
		270267	-21,85	78,2	
Grandio (G)	VOCO GmbH (Cuxhaven, Germany)	2341546	-14,32	85,9	85,9±0,1
		2333508	-14,1	86,0	
Clearfil Majesty Posterior(M)	Kuraray Dental (Tokyo, Japan)	C80106	-11,61	88,4	88,4±0,1
		C80107	-11,41	88,6	

Optical profilometric results

The primary outcome measures the negative volume loss by profilometry analysis, the results are shown in Table 3 and Figure 5.

Table 3 summarizes the mean values of volume loss (mm^3) obtained using optical profilometry, for every tested material after 150 000, 300 000 and 600 000 fatigue cycles. The statistical analysis highlighted statistically significant differences between groups in terms of volumetric loss. The fatigue cycling factor negatively affected the volume loss, as the number of cycles increased the volume loss increased for all materials tested, with statistically significant differences.

Composite E showed highest negative volumes loss from -1.862 mm^3 (SD-0.351) in the initial loading cycle group (150,000 cycles), to -3.815 mm^3 (SD-0.418) in the middle loading cycle group (300.000 cycles), to -6.502 mm^3 (SD-0.948) in the last loading cycle group (600,000 cycles). It suggested a considerable variation in wear resistance within the same composite type under similar conditions. In contrast, composite M, demonstrated relatively lower negative volumes: -1.124 mm^3 (SD-0.321) in the initial loading cycle group (150,000 cycles), to -1.478 (SD-0.507) in the middle loading cycle group (300.000 cycles), to -3.292 mm^3 (SD-0.779) in the last loading cycle group (600,000 cycles). This indicated better wear resistance.

Figure 5 shows increasing of wear volume loss (mm^3) as a function of fatigue cycles, measured using optical profilometry. Curves gave a representation of the wear rate during the sliding fatigue process. The curves had a similar trend, with a constant volume loss in the three measuring ranges. The only divergence was observed in the curves of composites E and ELS during the final measurement interval, where a significantly higher volume loss is noted for these two materials in the analyzed range. Notably, there was a trend of increasing wear resistance with higher filler loads, though some exceptions were observed, reflecting the complex interplay of composite material properties (Figure 5).

Table 3. Mean Volume Loss (mm³) and Standard Deviations for the examined resin composite at different cycling intervals. Grouping Information Using Fisher LSD post-hoc Method and 95% Confidence after ANOVA at Group x Time interaction level. Means that do not share a letter are significantly different.

Material	150 000 cycles	300 000 cycles	600 000 cycles
<i>Majesty P. (M)</i>	-1,124 ^A (0,321)	-1,478 ^{ABC} (0,507)	-3,292 ^{EF} (0,779)
<i>Grandio (G)</i>	-1,301 ^{AB} (0,431)	-1,796 ^{CD} (0,452)	-2,896 ^E (0,292)
<i>Inspiro (I)</i>	-1,268 ^{AB} (0,114)	-2,829 ^E (0,174)	-4,065 ^H (0,600)
<i>Z-250 (Z)</i>	-1,078 ^A (0,278)	-1,953 ^D (0,318)	-3,512 ^{FG} (0,265)
<i>EvoCeram (EC)</i>	-1,602 ^{BCD} (0,320)	-3,002 ^E (0,320)	-6,021 ^I (0,772)
<i>ELS (ELS)</i>	-1,861 ^{CD} (0,351)	-3,815 ^{GH} (0,418)	-6,502 ^J (0,948)

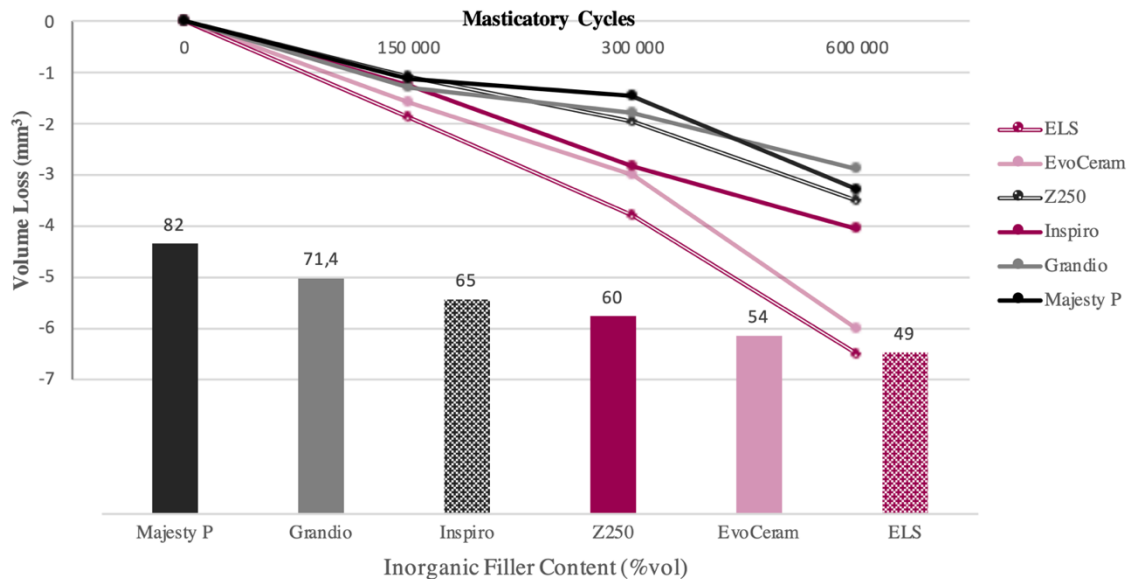


Figure 5. Upward, the increase in wear volume loss as a function of the number of sliding cycles. The lower part of the figure shows inorganic filler content (claimed by manufacturers) of tested resin composites.

Digital microscopy and SEM observations

A comparison of the various materials wear scars, at different fatigue cycles intervals, is shown in Figure 6. Wear patterns of the different composites seemed similar, with the scars

increasing in size as the sliding cycles number raise. However, some peculiarities characterized the wear scars. The composites M and G showed a more homogeneous and regular surface. On the contrary, EC, I and ELS were crossed by marked plow marks in the direction of sliding. Plow marks are observable also in Z images, but they appear much less pronounced.

To examine the wear mechanisms, the wear damage for each material type was closely analyzed, with the findings presented in Figures 7-12.

The composites that showed more evident and extensive wear damage were ELS (Figure 12) and I (Figure 9). Both presented severe superficial and sub-superficial degradation featuring material spalling and significant herringbone cracks at the indenter's trailing edge and at the arresting point. Transillumination images highlighted these aspects. The propagation of cracks at the sub-surface level was particularly extensive in ELS, when observing the images of the sectioned specimens.

M and G (Figures 7 and 8) showed an intermediate moderate level of wear damage, with the presence of some cracks, mostly visible with transillumination, thus with a subsurface trend. In M, cracks were mainly located along the indenter's path, with a "herringbone" pattern. In G, cracks were mainly observed at the arresting area of the indenter.

EC and Z (Figures 11 and 10) showed limited wear damage with a few cracks visible only by transillumination, located in the stop area, and small herringbone fissures along the trailing edge of the indenter.

SEM images showed the similar wear mechanism in the different composites. A smooth and homogeneous surface was observed outside the wear scar, while a rougher surface was detected inside the indenter path. Here there were filler particles exposed on the surface due to abrasion of the resin matrix and signs of particle expulsion (Figures 7-12).

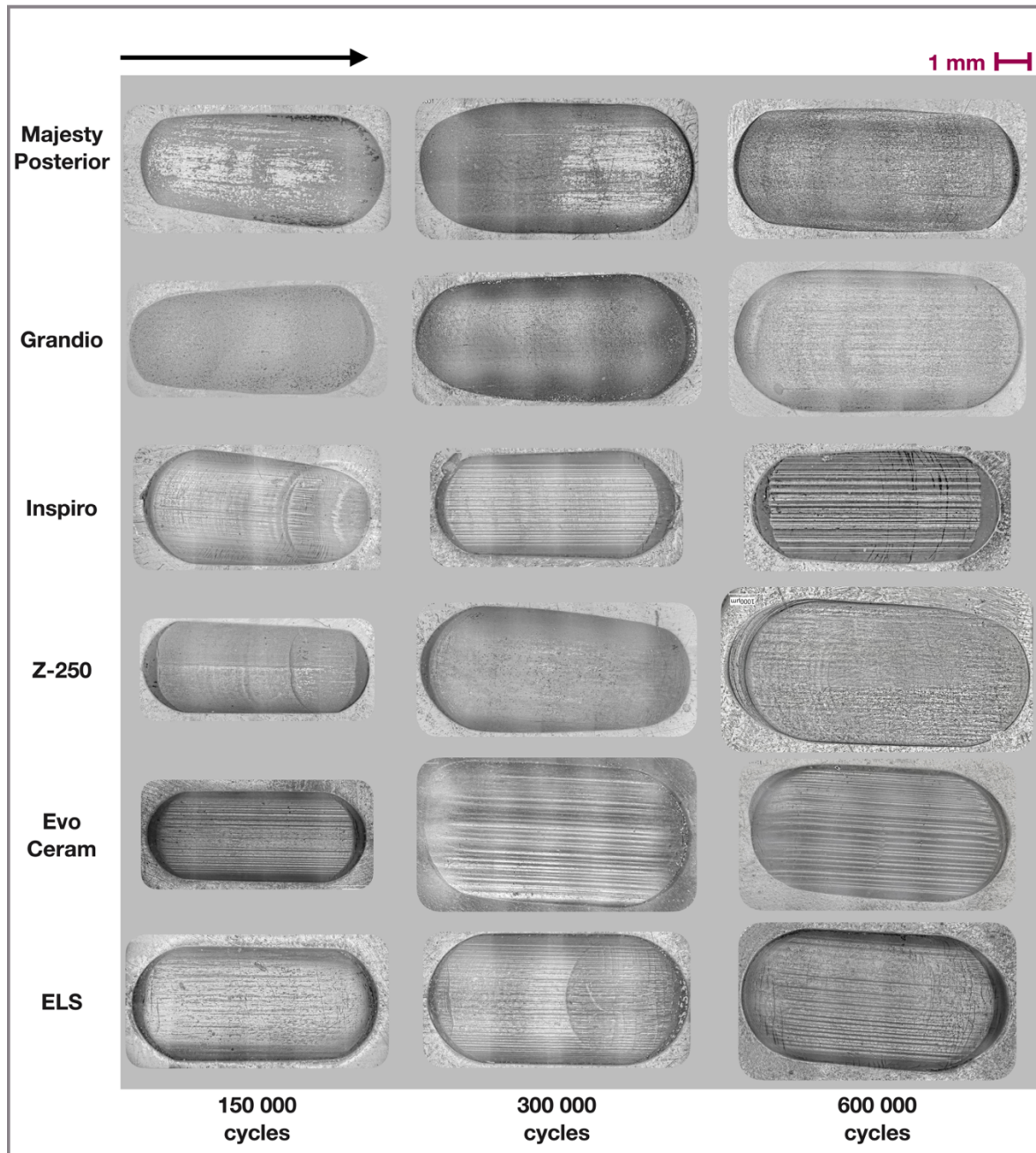


Figure 6. Wear scars of tested resin composite at three different cycling intervals examined. The sliding direction is indicated by the black arrow. Different materials have similar wear behavior and evolutions, with a constant increase in scar width. Some composite resins show a worn surface characterized by plow marks (EvoCeram Inspiro and ELS), others a more homogeneous surface (Grandio and Majesty P.). Signs of superficial cracks may also be observed (Inspiro and Els at 600,000 cycles)

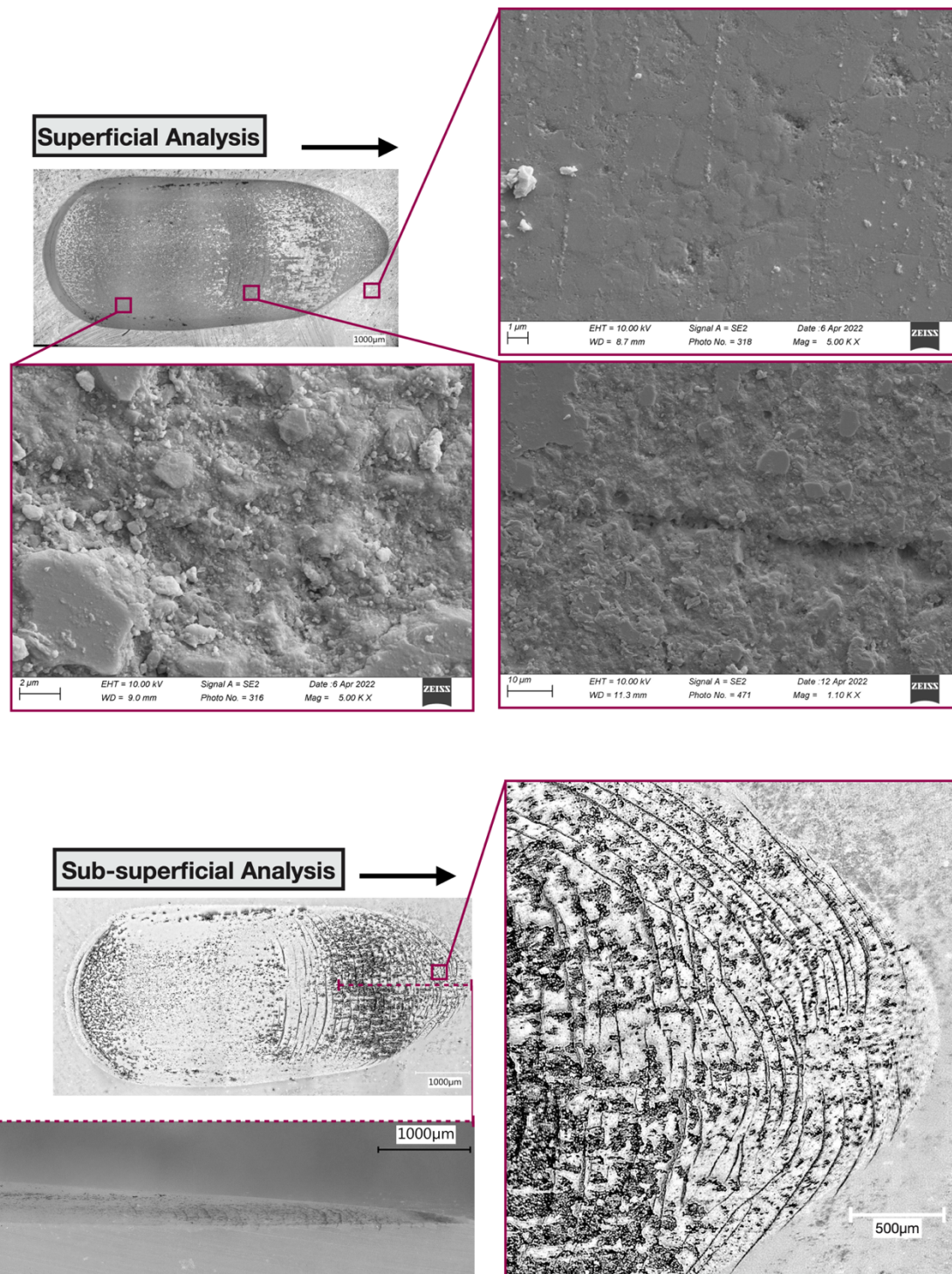


Figure 7. Wear surface and subsurface damage in Majesty Posterior resin composite after 600 000 cycles. Black arrows indicate the direction of sliding.

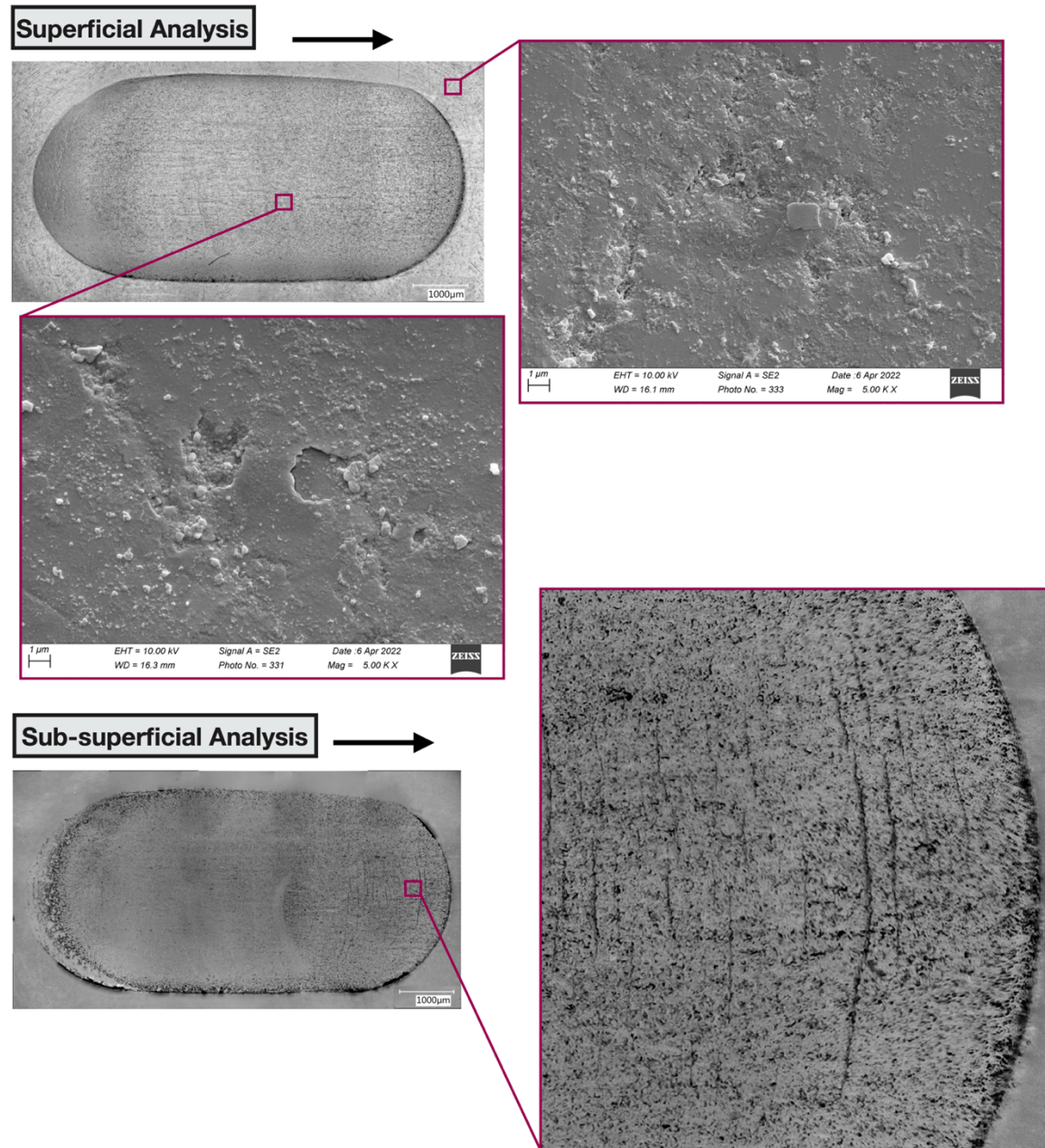


Figure 8. Wear surface and subsurface damage in Grandio resin composite after 600 000 cycles. Black arrows indicate the direction of sliding.

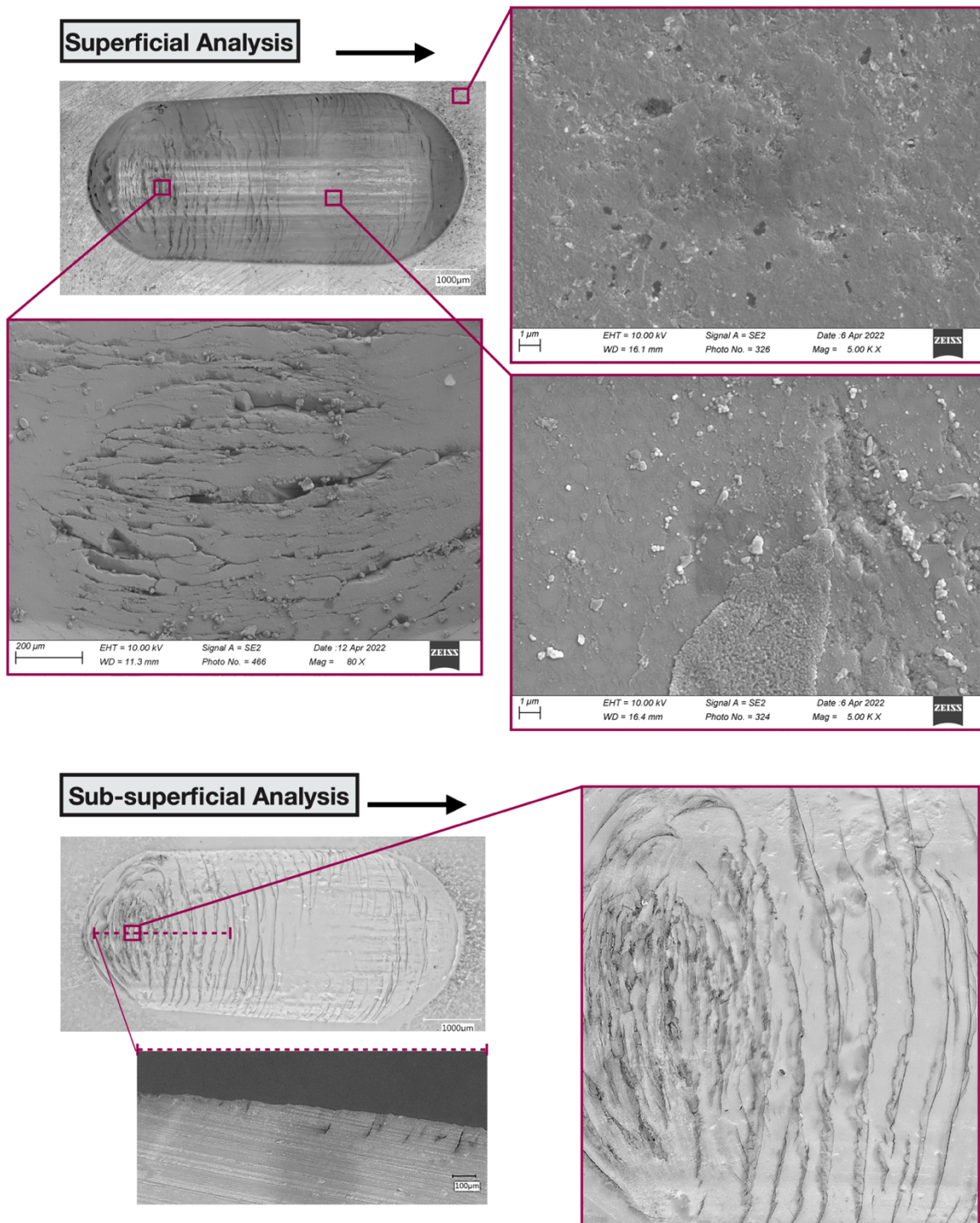


Figure 9. Wear surface and subsurface damage in Inspiro resin composite after 600 000 cycles. Black arrows indicate the direction of sliding.

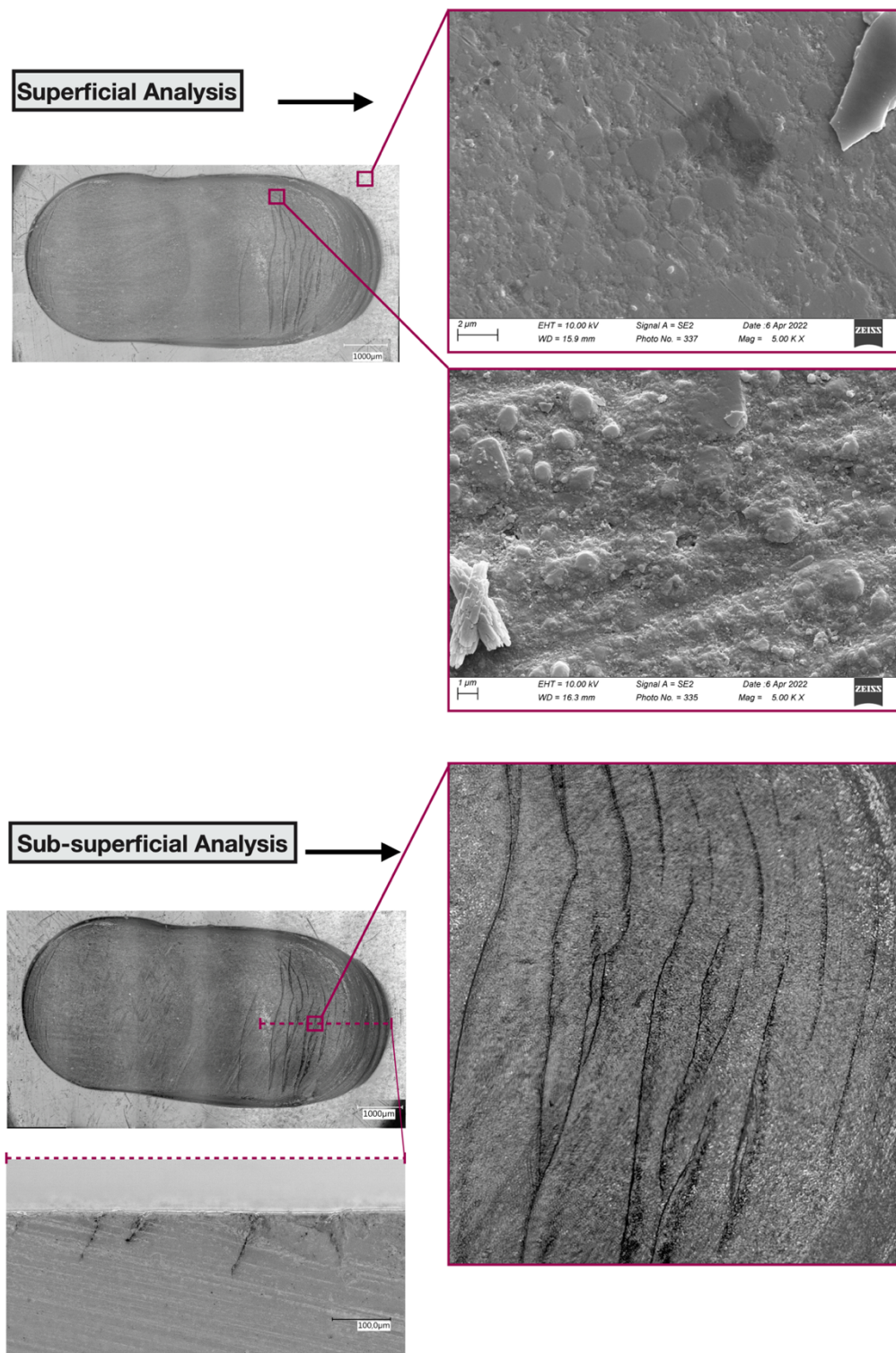


Figure 10. Wear surface and subsurface damage in z-250 resin composite after 600 000 cycles. Black arrows indicate the direction of sliding.

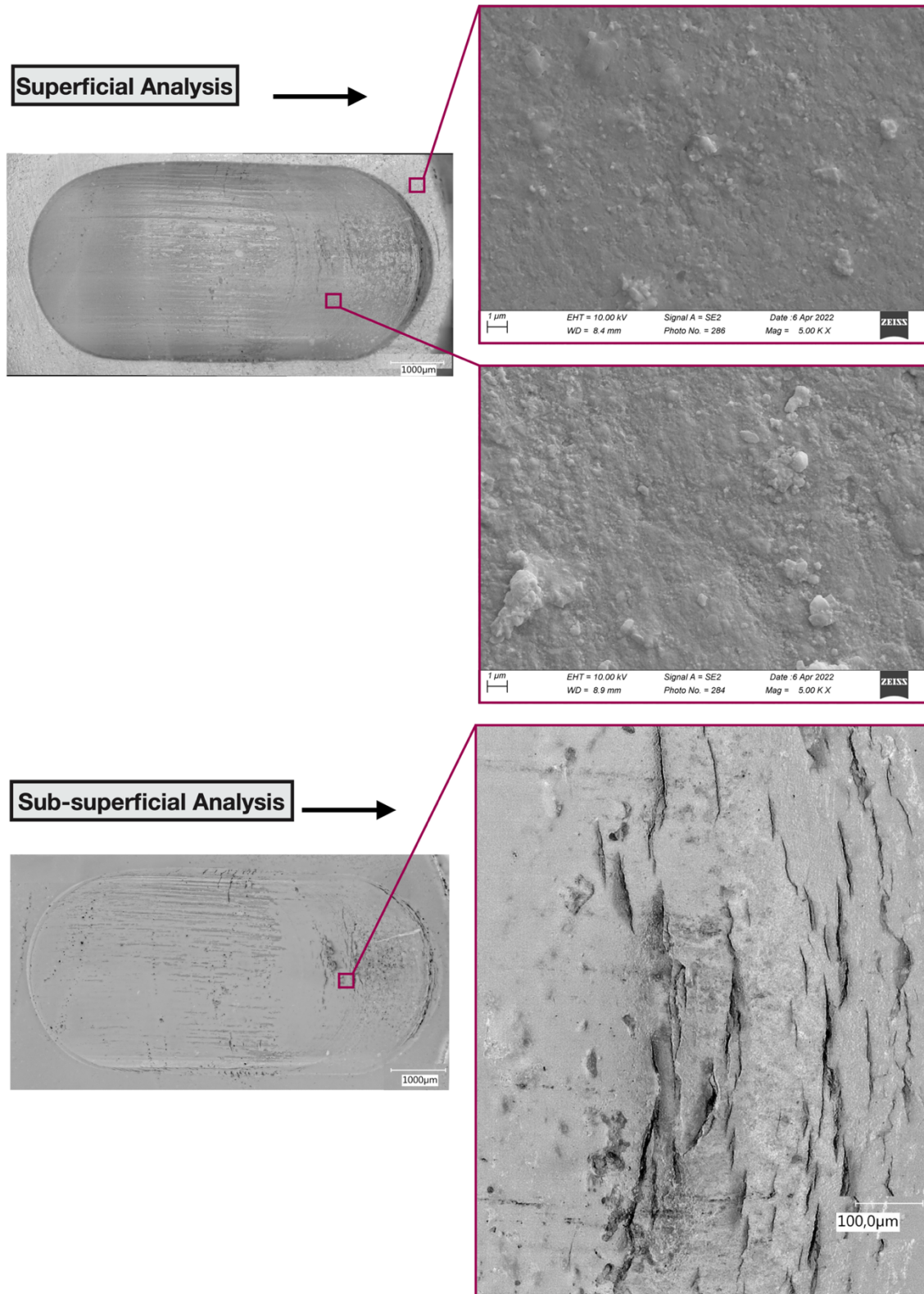


Figure 11. Wear surface and subsurface damage in EvoCeram resin composite after 600 000 cycles. Black arrows indicate the direction of sliding.

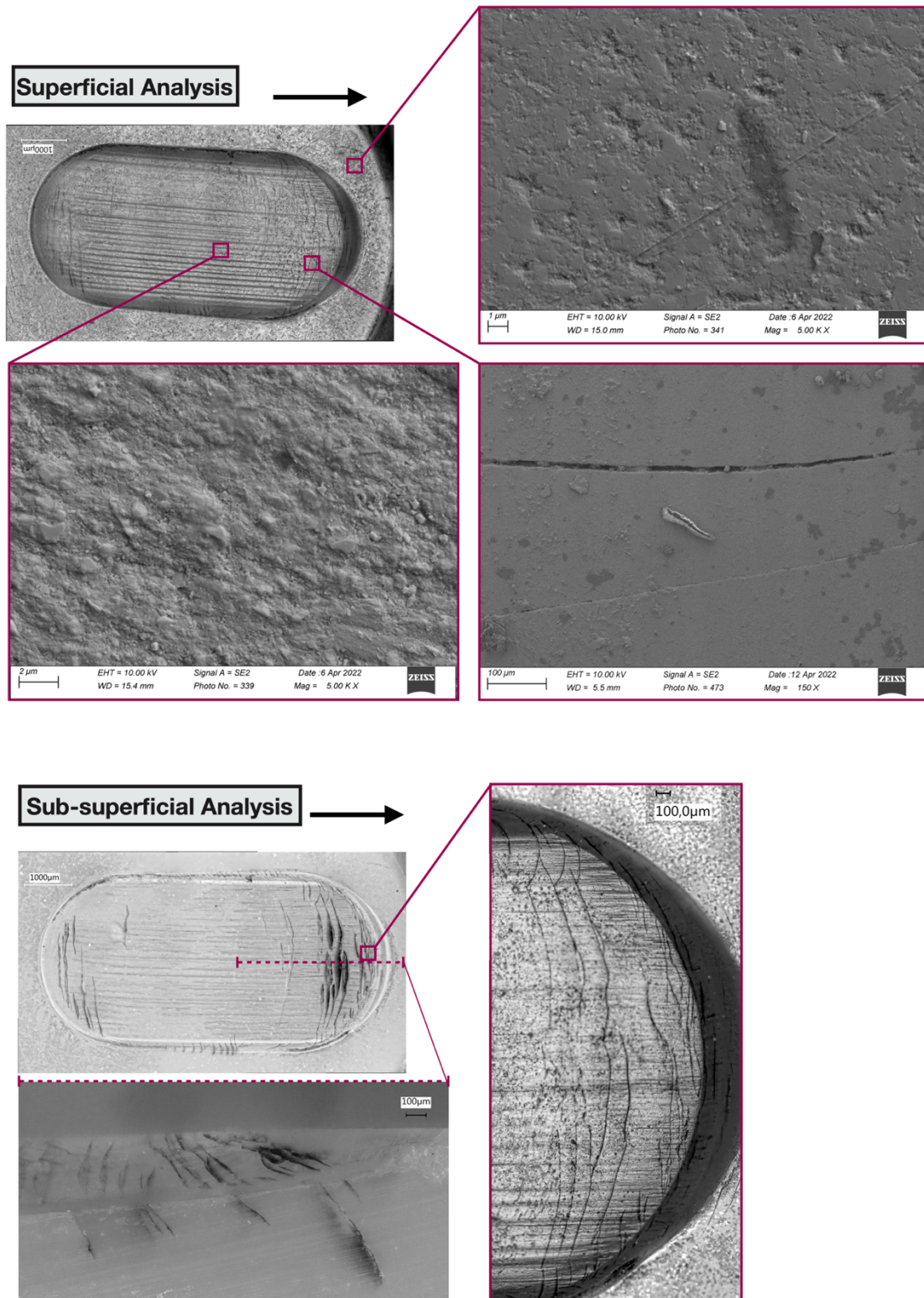


Figure 12. Wear surface and subsurface damage in ELS resin composite after 600 000 cycles. Black arrows indicate the direction of sliding.

Discussion

Resin composite wear rate and behaviour is a factor to be taken into consideration, above all in the rehabilitation of patients with masticatory dysfunctions. In fact, wear may still be a significant mode of failure, despite the improvements made over the years to the materials composition.¹⁻⁵

Wear behavior of resin composites is a complex system, affected by several factors that characterize materials composition: the characteristics and volume of the filler; the matrix properties and the degree of conversion; the bonding at the filler-matrix interface and the comparative abrasiveness of the filler with respect to the matrix.^{4, 24-32} Among these, the impact of filler content on wear behavior have been extensively discussed. Previous studies have reported that increasing the filler volume fraction, the in vitro wear resistance improves. Condon and Ferracane observed a linear correlation between filler content and wear resistance, that has also been confirmed in other studies.²⁰⁻²³ In fact, high filler volumes reduce wear rates due to the increase of the coefficients of friction between the matrix and filler particles, and thus lower range of resin unprotected by filler particles.²⁰ In other studies, this linear relationship between filler content and wear rate has not been fully confirmed.^{3, 4,}

^{33, 34}

Considering the complexity of the wear process and the multiplicity of factors that can affect it, in the present study six different direct composite materials, characterized by increasing filler load content but mostly homogenous composition, were selected. The chosen materials have similar compositions regarding resin matrix (Bis-GMA based) and quality/size of the filler. They contain traditional inorganic filler (ceramic/glass) with average particle sizes slightly greater than $1\mu\text{m}$, but also a fraction of the 40 nm-sized “micro-fillers.” As stated above, the increasing filler load (% vol) was the factor that characterized the six tested composites, in order to try to isolate this variable and understand if it directly affected wear behaviour.

The null hypothesis of this study, which posited no significant differences in the in-vitro wear properties of the tested materials, must be rejected. Both the profilometric analysis, therefore

the evaluation of the volume loss value, and the microscopic analysis, highlighted substantial differences between the composite materials studied.

The profilometric analysis showed that the wear rate was significantly influenced by the number of cycles to which the specimens were subjected, and this resulted well documented in the literature.²² After 150,000 cycles there were no significant differences in wear volume loss between M, G, I and Z composites. ELS and EC composites showed a higher wear rate, however not significantly different from each other. As the number of cycles increased, the wear rate of the various materials became increasingly different, up to 600,000 cycles where a clear deterioration in the performance of ELS and EC was noted, compared to the other materials tested. Even if a perfect linear correspondence between wear volume loss and filler load could not be stated, the greater quantity of filler seemed to influence the ability of the composite to resist wear. Composites with lower filler load (<55% vol/ 75 %wt) had a worse performance, with significantly higher volume loss as aging increased.

These data confirm that filler content influence the wear volume loss, however the mismatch between the increase in filler load and wear resistance demonstrates the complexity and multifactorial nature of the phenomenon. Furthermore, the "volume loss" variable alone is not able to fully explain the "wear behaviour" phenomenon. Studies on commercial composites suggest that filler percentage alone is not an adequate predictor of two-body wear behavior.^{66, 67} Nonetheless, it is crucial to acknowledge potential issues regarding the reliability of filler load (%vol) information supplied by manufacturers, and the fact that filler size distribution is not provided.^{3, 32, 68, 69}

Microscopic analysis provides further details to better comprehend the tribological behavior of composites. The characteristics of the wear scars are an indication of the wear mechanism affecting the tested specimens. Resin composites wear occurs with four main mechanisms: adhesive, abrasive, fatigue and corrosive wear. The mechanisms that contribute significantly to the wear process are abrasion and fatigue wear.^{4, 5, 35, 36}

The action of abrasive wear, characterized by the presence of grooves in the direction of sliding, is clearly visible on the tested specimens (Figures 6). The appearance of these wear

marks is influenced by the nature of the worn material.^{5, 70} It can be speculated that the abrasive wear mechanism heavily influenced the wear rate, in fact ELS, EC and I, with high wear rates, show marked plowing grooves. On the contrary, signs of abrasive wear are less evident in Z, and almost absent in G and M. Abrasive wear also seems to be more evident in less filled composites (EC and ELS). Other studies have demonstrated that reducing the size of filler particles or the spacing between them can lead to a decrease in abrasive wear. The same when the filler-matrix bond is improved, and when the matrix degree of conversion is increased.^{4, 31, 71, 72} Moreover, fillers of the resin composite that result harder than the antagonist can hinder abrasion, noticeably reducing wear.⁴

Fatigue wear cracks can be observed on the worn specimens scars (Figures 7-12). Cracks are perpendicular to the wear direction, mainly located in the area where the antagonist stops, visible almost exclusively through transillumination, therefore with a subsurface trend. Theoretically, the magnitude of Hertzian stresses is influenced by the elastic modulus, with a lower modulus reducing the likelihood of fatigue wear initiation.^{32, 73} However, it is important to consider that in resin composites, crack propagation predominantly occurs within the polymer matrix, while fillers contribute to toughening mechanisms such as crack deflection and bridging.^{36, 73} In this study, the presence of cracks does not seem to be directly associated with the filler load quantity. Evidence of fatigue wear was observed in both composites with low filler percentages (ELS) and those with high filler percentages (M and G). Furthermore, a totally different behavior compared to ELS is present in EC, where despite the low filler content there are no signs of fatigue. That said, it supports the fact that different crack nucleation and growth mechanisms are involved.

Neither the wear rate seemed to be related to the presence of fatigue wear, with signs of fatigue wear in composites showing varying degrees of volume loss. These observations suggest that even when fatigue wear dominates, resin composites can experience significantly different levels of volume loss. Although cyclic fatigue cracks are present, the material's high fracture toughness and resistance to fatigue likely delayed the generation of large wear particles, thereby minimizing overall wear.^{32, 73, 75} In such composites, toughening mechanisms such as crack bridging, crack pinning, and crack deflection are thought to contribute to their enhanced fracture toughness.³²

Hence, increased filler content in a composite resin seem to minimize resin matrix abrasion,²² while higher fracture toughness prevents crack propagation within the microstructure, which may help minimize fatigue wear.^{4,73,76} The multifactorial and complex nature of wear system is additionally emphasized by other findings,^{77, 78} in which resin composites exhibited differences in wear that could not be clarified solely in relation to filler characteristics, and showed no direct correlation to filler load.

Observing the SEM images, the wear mechanism can be understood. Small cracks are located around the fillers particles, caused by interface failure. In some images the plucking of filler particles is visible. In the prevailing view of composite wear, abrasion occurs as the resin matrix is gradually worn away, ultimately leaving the filler particles unsupported and prone to detachment.²⁰ Filler-matrix interface bonding alters the probability of filler particles plucking.⁴ The rough surface of the wear scars contrasts with the surface of the sample outside the scar, which is not worn, where, thanks to the polishing carried out during the preparation of the specimens, it is smooth and uniform (Figures 7-12).

A further point to clarify concerns the methodology used and the possible correlation between laboratory and clinical data. In 2001, the ISO (International Organization for Standardization) introduced a technical specification offering guidelines for conducting wear tests. This allowed to standardize, make the methodology reproducible and, at the same time, to better simulate the clinical wear mechanism.^{29,30,37} It was mentioned that while laboratory simulation methods prove valuable in investigating fundamental wear characteristics, they can't predict clinical wear.³⁵ Only a weak correlation was found for the Ivoclar, Alabama, Zurich and Munich wear methods.⁶

In this in-vitro study a dual axis chewing simulator (CS-4.8, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Germany) was utilized to set up the two-body wear test. This machine (Ivoclar Willytec chewing simulator) is one of those that fulfills the criteria of a qualified device, that involve two directions of movement., both vertical and horizontal.^{29, 30,43} In this study, the wear mechanism involved applying vertical chewing forces to replicate direct contact between the test specimen and its antagonist, along with a sliding motion. This setup allowed for the simulation of both abrasive and fatigue wear.^{3, 35, 43}

This in vitro test used a stainless steel cone as antagonist material. The shape and material of suitable abrasers in wear test is still debated. A range of materials, including natural enamel, ceramics, steatite, and stainless steel, have been employed as antagonists. Nevertheless, none of these has been deemed the ideal material for in vitro wear testing.^{43, 79, 80}

In the present study a rather linear trend in volume loss was observed, especially for ELS and EC composites, contrary to what was observed in other studies where volume loss was characterized by two main phases, a preliminary phase with elevated wear rates, followed by steady-state stage.³⁶ The authors hypothesized that it seems to be associated with the creation of the wear scar and the significant contact stresses exerted by the antagonist on the surface that has not yet been worn.^{36, 81} The different behavior in the present study may be associated with the different nature of the antagonist used.

Considering the impossibility of faithfully reproducing, in vitro, the characteristics of the oral environment, a possible limitation of the present study is the lack of the chemical component in the wear system, consisting of fluids with changing pH and composition, responsible for a corrosive wear.⁸² From the microscopic analysis, it can be observed that the mechanical component wear has been reproduced (fatigue cracks and abrasive grooves), but no characteristic signs of corrosive wear are present (complete dissolution of filler particles).⁸³

Conclusions

Wear behavior induced by two-body wear differed among the resin composites examined. Optical profilometric analysis besides digital microscopy and SEM observations confirmed significant differences between the tested resin materials. There was a trend of increasing wear resistance with higher filler loads, but the value of the filler load alone was not a complete indicator of two-body wear behavior, both in terms of wear rate and wear pattern (abrasive and fatigue wear).

References

- [1] Ferracane JL. Is the wear of dental composites still a clinical concern? Is there still a need for in vitro wear simulating devices?. *Dent Mater.* 2006;22(8):689-692.
- [2] Jandt KD, Sigusch BW. Future perspectives of resin-based dental materials. *Dent Mater.* 2009 Aug;25(8):1001-6.
- [3] Hahnel S, Schultz S, Trempler C, Ach B, Handel G, Rosentritt M. Two-body wear of dental restorative materials. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2011 Apr;4(3):237-44.
- [4] Dionysopoulos D, Gerasimidou O. Wear of contemporary dental composite resin restorations: a literature review. *Restor Dent Endod.* 2021 Feb 25;46(2):e18.
- [5] Heintze SD, Rousson V. Clinical effectiveness of direct class II restorations - a meta-analysis. *J Adhes Dent.* 2012 Aug;14(5):407-31.
- [6] Grau A, Stawarczyk B, Roos M, Theelke B, Hampe R. Reliability of wear measurements of CAD-CAM restorative materials after artificial aging in a mastication simulator. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018;86:185-190.
- [7] Osiewicz MA, Werner A, Pytko-Polonczyk J, Roeters FJ, Kleverlaan CJ. Contact- and contact-free wear between various resin composites. *Dent Mater.* 2015;31(2):134-140.
- [8] Tsujimoto A, Barkmeier WW, Fischer NG, Nojiri K, Nagura Y, Takamizawa T, Latta MA, Miazaki M. Wear of resin composites: Current insights into underlying mechanisms, evaluation methods and influential factors. *Jpn Dent Sci Rev.* 2018 May;54(2):76-87.
- [9] Loomans B, Opdam N, Attin T, Bartlett D, Edelhoff D, Frankenberger R, Benic G, Ramseyer S, Wetselaar P, Sterenborg B, Hickel R, Pallesen U, Mehta S, Banerji S, Lussi A, Wilson N. Severe Tooth Wear: European Consensus Statement on Management Guidelines. *J Adhes Dent.* 2017;19(2):111-119.
- [10] Christensen GJ. Remaining challenges with Class II resin-based composite restorations. *J Am Dent Assoc.* 2007 Nov;138(11):1487-9.
- [11] Bayne SC, Ferracane JL, Marshall GW, Marshall SJ, van Noort R. The Evolution of Dental Materials over the Past Century: Silver and Gold to Tooth Color and Beyond. *J Dent Res.* 2019 Mar;98(3):257-265.
- [12] Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc.* 1963 Jan;66:57-64.
- [13] Rupp NW. Clinical placement and performance of composite resin restorations. *J Dent Res.* 1979 May;58(5):1551-7.
- [14] Ferracane JL, Greener EH. Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins--methods comparison. *J Dent Res.* 1984 Aug;63(8):1093-5.
- [15] Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res.* 1984 Dec;63(12):1396-9.
- [16] Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res.* 1987 Nov;66(11):1636-9.

- [17] Ferracane JL. Resin composite--state of the art. *Dent Mater.* 2011 Jan;27(1):29-38.
- [18] Bayne SC, Heymann HO, Swift EJ Jr. Update on dental composite restorations. *J Am Dent Assoc.* 1994 Jun;125(6):687-701.
- [19] Ilie N, Hickel R. Investigations on mechanical behaviour of dental composites. *Clin Oral Investig.* 2009 Dec;13(4):427-38.
- [20] Condon JR, Ferracane JL. In vitro wear of composite with varied cure, filler level, and filler treatment. *J Dent Res.* 1997 Jul;76(7):1405-11.
- [21] McCabe JF, Wassell RW. Hardness of model dental composites - the effect of filler volume fraction and silanation. *J Mater Sci Mater Med.* 1999 May;10(5):291-4.
- [22] Heintze SD, G. Zellweger, G. Zappini. The relationship between physical parameters and wear of dental composites. *Wear.* 2007;263, (7): 1138-1146.
- [23] Manhart J, Kunzelmann KH, Chen HY, Hickel R. Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins. *Dent Mater.* 2000 Jan;16(1):33-40.
- [24] Ferracane JL. Resin-based composite performance: are there some things we can't predict? *Dent Mater.* 2013 Jan;29(1):51-8.
- [25] Turssi CP, De Moraes Purquerio B, Serra MC. Wear of dental resin composites: insights into underlying processes and assessment methods--a review. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2003 May 15;65(2):280-5.
- [26] Lien W, Vandewalle KS. Physical properties of a new silorane-based restorative system. *Dent Mater.* 2010 Apr;26(4):337-44.
- [27] Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater.* 1985 Feb;1(1):11-4.
- [28] Imai A, Takamizawa T, Sugimura R, Tsujimoto A, Ishii R, Kawazu M, Saito T, Miyazaki M. Interrelation among the handling, mechanical, and wear properties of the newly developed flowable resin composites. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2019 Jan;89:72-80.
- [29] Heintze SD, Reichl FX, Hickel R. Wear of dental materials: Clinical significance and laboratory wear simulation methods -A review. *Dent Mater J.* 2019;38(3):343-353.
- [30] Ilie N, Hilton TJ, Heintze SD, et al. Academy of Dental Materials guidance-Resin composites: Part I- Mechanical properties. *Dent Mater.* 2017;33(8):880-894.
- [31] Nihei T, Dabanoglu A, Teranaka T, Kurata S, Ohashi K, Kondo Y, Yoshino N, Hickel R, Kunzelmann KH. Three-body-wear resistance of the experimental composites containing filler treated with hydrophobic silane coupling agents. *Dent Mater.* 2008 Jun;24(6):760-4.
- [32] Kruzic JJ, Arsecularatne JA, Tanaka CB, Hoffman MJ, Cesar PF. Recent advances in understanding the fatigue and wear behavior of dental composites and ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018 Dec;88:504-533.
- [33] Garoushi S, Vallittu PK, Lassila L. Characterization of fluoride releasing restorative dental materials. *Dent Mater J.* 2018 Mar 30;37(2):293-300.

- [34] Oja J, Lassila L, Vallittu PK, Garoushi S. Effect of Accelerated Aging on Some Mechanical Properties and Wear of Different Commercial Dental Resin Composites. *Materials* (Basel). 2021 May 23;14(11):2769.
- [35] Mair LH, Stolarski TA, Vowles RW, Lloyd CH. Wear: mechanisms, manifestations and measurement. Report of a workshop. *J Dent*. 1996 Jan-Mar;24(1-2):141-8.
- [36] Wendler M, Kaizer MR, Belli R, Lohbauer U, Zhang Y. Sliding contact wear and subsurface damage of CAD/CAM materials against zirconia. *Dent Mater*. 2020 Mar;36(3):387-401.
- [37] ISO. Dental materials—guidance on testing of wear. Part 2: wear by two-and/or three body contact. Technical specification; 2001. p. 14569–72.
- [38] Heintze SD. How to qualify and validate wear simulation devices and methods. *Dent Mater*. 2006 Aug;22(8):712-34.
- [39] DeLong R, Douglas WH. An artificial oral environment for testing dental materials. *IEEE Trans Biomed Eng*. 1991 Apr;38(4):339-45.
- [40] DeLong R, Douglas WH. Development of an artificial oral environment for the testing of dental restoratives: bi-axial force and movement control. *J Dent Res*. 1983 Jan;62(1):32-6.
- [41] Heintze SD, Barkmeier WW, Latta MA, Rousson V. Round robin test: wear of nine dental restorative materials in six different wear simulators - supplement to the round robin test of 2005. *Dent Mater*. 2011 Feb;27(2):e1-9.
- [42] Turssi CP, Ferracane JL, Serra MC. Abrasive wear of resin composites as related to finishing and polishing procedures. *Dent Mater*. 2005 Jul;21(7):641-8.
- [43] Heintze SD, Zellweger G, Cavalleri A, Ferracane J. Influence of the antagonist material on the wear of different composites using two different wear simulation methods. *Dent Mater*. 2006;22(2):166–175.
- [44] Krejci I, Lutz F, Zedler C. Effect of contact area size on enamel and composite wear. *J Dent Res*. 1992 Jul;71(7):1413-6.
- [45] Condon JR, Ferracane JL. Effect of antagonist diameter on in vitro wear of dental composite. *J Dent Res* 2003;82. Abstract 954.
- [46] McKinney JE, Wu W. Relationship between subsurface damage and wear of dental restorative composites. *J Dent Res*. 1982 Sep;61(9):1083-8.
- [47] Schnabel C, Kunzelmann K-H, Hickel R. The influence of different abrasion media on three-body-wear of composites. *J Dent Res* 1995;74:90. Abstract No 625.
- [48] Rosentritt M, Behr M, Hofmann N, Handel G. In vitro wear of composite veneering materials. *J Mater Sci* 2002;37:425–9.
- [49] Heintze SD, Faouzi M, Rousson V, Ozcan M. Correlation of wear in vivo and six laboratory wear methods. *Dent Mater*. 2012 Sep;28(9):961-73.
- [50] Wetselaar P, Lobbezoo F. The tooth wear evaluation system: a modular clinical guideline for the diagnosis and management planning of worn dentitions. *J Oral Rehabil*. 2016;43(1):69–80.
- [51] Negrão R, Cardoso JA, de Oliveira NB, Almeida PJ, Taveira T, Blashkiv O. Conservative restoration of the worn dentition - the anatomically driven direct approach (ADA). *Int J Esthet Dent*. 2018;13(1):16-48.

- [52] Ning K, Bronkhorst E, Crins L, van der Meer W, Pereira-Cenci T, Yang F, Leeuwenburgh S, Loomans B. Wear behaviour of direct composite restorations in tooth wear patients: a 5-year clinical study. *J Dent.* 2022 Dec;127:104354.
- [53] Bartlett DW, Lussi A, West NX, Bouchard P, Sanz M, Bourgeois D. Prevalence of tooth wear on buccal and lingual surfaces and possible risk factors in young European adults. *J Dent.* 2013;41(11):1007–1013.
- [54] Salas MM, Nascimento GG, Huysmans MC, Demarco FF. Estimated prevalence of erosive tooth wear in permanent teeth of children and adolescents: an epidemiological systematic review and meta-regression analysis. *J Dent.* 2015 Jan;43(1):42-50.
- [55] Loomans B, Opdam N. A guide to managing tooth wear: the Radboud philosophy. *Br Dent J.* 2018 Mar 9;224(5):348-356.
- [56] Sterenborg BAMM, Bronkhorst EM, Wetselaar P, Lobbezoo F, Loomans BAC, Huysmans MDNJM. The influence of management of tooth wear on oral health-related quality of life. *Clin Oral Investig.* 2018 Sep;22(7):2567-2573.
- [57] Bartlett D, O'Toole S. Tooth wear and aging. *Aust Dent J.* 2019;64 Suppl 1:S59–S62.
- [58] Wetselaar P, Vermaire JH, Visscher CM, Lobbezoo F, Schuller AA. The Prevalence of Tooth Wear in the Dutch Adult Population. *Caries Res.* 2016;50(6):543-550.
- [59] Ahmed KE, Murbay S. Survival rates of anterior composites in managing tooth wear: systematic review. *J Oral Rehabil.* 2016;43(2):145–153.
- [60] Muts EJ, van Pelt H, Edelhoff D, Krejci I, Cune M. Tooth wear: a systematic review of treatment options. *J Prosthet Dent.* 2014;112(4):752-759.
- [61] Al-Khayatt AS, Ray-Chaudhuri A, Poyser NJ, et al. Direct composite restorations for the worn mandibular anterior dentition: a 7-year follow-up of a prospective randomised controlled split-mouth clinical trial. *J Oral Rehabil.* 2013;40(5):389-401.
- [62] Poyser NJ, Briggs PF, Chana HS, Kelleher MG, Porter RW, Patel MM. The evaluation of direct composite restorations for the worn mandibular anterior dentition - clinical performance and patient satisfaction. *J Oral Rehabil.* 2007;34(5):361-376.
- [63] Dietschi D, Argente A. A comprehensive and conservative approach for the restoration of abrasion and erosion. Part I: concepts and clinical rationale for early intervention using adhesive techniques. *Eur J Esthet Dent.* 2011a;6(1):20-33.
- [64] Dietschi D, Argente A. A comprehensive and conservative approach for the restoration of abrasion and erosion. part II: clinical procedures and case report. *Eur J Esthet Dent.* 2011b;6(2):142-159.
- [65] Randolph LD, Palin WM, Leloup G, Leprince JG. Filler characteristics of modern dental resin composites and their influence on physico-mechanical properties. *Dent Mater.* 2016 Dec;32(12):1586-1599.
- [66] Sagsoz, O., Ilday, N.O., Sagsoz, N.P., Bayindir, Y.Z., Alsaran, A., 2014. Investigation of hardness and wear behavior of dental composite resins. *Int. J. Compos. Mater.* 4, 179–184.

- [67] Topcu FT, Erdemir U, Sahinkesen G, Yildiz E, Uslan I, Acikel C. Evaluation of microhardness, surface roughness, and wear behavior of different types of resin composites polymerized with two different light sources. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2010 Feb;92(2):470-8. doi: 10.1002/jbm.b.31540. PMID: 19957350.
- [68] Lazaridou D, Belli R, Petschelt A, Lohbauer U. Are resin composites suitable replacements for amalgam? A study of two-body wear. *Clin Oral Investig*. 2015 Jul;19(6):1485-92.
- [69] Suzuki T, Kyoizumi H, Finger WJ, Kanehira M, Endo T, Utterodt A, Hisamitsu H, Komatsu M. Resistance of nanofill and nanohybrid resin composites to toothbrush abrasion with calcium carbonate slurry. *Dent Mater J*. 2009 Nov;28(6):708-16.
- [70] Ghazal M, Kern M. Wear of human enamel and nano-filled composite resin denture teeth under different loading forces. *J Oral Rehabil*. 2009 Jan;36(1):58-64.
- [71] Bayne SC, Taylor DF, Heymann HO. Protection hypothesis for composite wear. *Dent Mater*. 1992 Sep;8(5):305-9.
- [72] Turssi CP, Ferracane JL, Vogel K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. *Biomaterials*. 2005 Aug;26(24):4932-7.
- [73] Arsecularatne JA, Chung NR, Hoffman M. An in vitro study of the wear behaviour of dental composites. *Biosurface and Biotribology*. 2016; 2(3):102-113.
- [74] Shah MB, Ferracane JL, Kruzic JJ. R-curve behavior and micromechanisms of fracture in resin based dental restorative composites. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2009 Oct;2(5):502-11.
- [75] Truong VT, Cock DJ, Padmanathan, N., 1990. Fatigue crack-propagation in posterior dental composites and prediction of clinical wear. *J. Appl. Biomater*. 1, 21–30.
- [76] Schultz S, Rosentritt M, Behr M, Handel G. Mechanical properties and three-body wear of dental restoratives and their comparative flowable materials. *Quintessence Int*. 2010 Jan;41(1):e1-10.
- [77] Barkmeier WW, Erickson RI, Latta MA, Wilwerding TM. Wear rates of resin composites. *Oper Dent*. 2013 Mar-Apr;38(2):226-33.
- [78] Barkmeier WW, Takamizawa T, Erickson RL, Tsujimoto A, Latta M, Miyazaki M. Localized and generalized simulated wear of resin composites. *Oper Dent*. 2015 May-Jun;40(3):322-35.
- [79] Lambrechts P, Debels E, Van Landuyt K, Peumans M, Van Meerbeek B. How to simulate wear? Overview of existing methods. *Dent Mater*. 2006 Aug;22(8):693-701
- [80] Iwasaki N, Takahashi H, Koottathape N, Kanehira M, Finger WJ, Sasaki K. Texture of composite resins exposed to two- and three-body wear in vitro. *J Contemp Dent Pract*. 2014 Mar 1;15(2):232-41.
- [81] Xu Z, Yu P, Arola DD, Min J, Gao S. A comparative study on the wear behavior of a polymer infiltrated ceramic network (PICN) material and tooth enamel. *Dent Mater*. 2017 Dec;33(12):1351-1361.
- [82] Cilli R, Pereira JC, Prakki A. Properties of dental resins submitted to pH catalysed hydrolysis. *J Dent*. 2012 Dec;40(12):1144-50.
- [83] Sarkar NK. Internal corrosion in dental composite wear. *J Biomed Mater Res*. 2000;53(4):371-80.