

Анализа ивичног припоја композитних смола за глеђ скенинг-електронском микроскопијом након примене стандардне и постепене технике фотополимеризације

Стефан Дачић¹, Драгица Дачић-Симоновић¹, Славољуб Живковић², Милош Дачић³, Горан Радичевић¹, Александар Митић¹, Горан Тошић¹, Марко Игић⁴

¹Одељење за болести зуба и ендодонцију, Клиника за стоматологију, Медицински факултет, Универзитет у Нишу, Ниш, Србија;

²Клиника за болести зуба, Стоматолошки факултет, Универзитет у Београду, Београд, Србија;

³Грађевинско-архитектонски факултет, Универзитет у Нишу, Ниш, Србија;

⁴Одељење за стоматолошку протетику, Клиника за стоматологију, Медицински факултет, Универзитет у Нишу, Ниш, Србија

КРАТАК САДРЖАЈ

Увод Квалитет везе композита за тврда зубна ткива се најчешће процењује јачином везивања или изостанком маргиналне пукотине по ободу рестаурација. Маргинални индекс (МИ) је важан показатељ ефикасности припоја материјала за зубна ткива јер истовремено показује вредности и ширине и дужине маргиналне пукотине.

Циљ рада Циљ рада је био да се квантитативно и квалитативно процени веза композитних материјала за глеђ и утврде вредности МИ у глеђи након примене две технике светлосне полимеризације и два композитна система.

Методе рада На екстрахованим зубима је рестаурисано 40 кавитета пете класе за анализу припоја композита за глеђ скенинг-електронском микроскопијом (СЕМ). Адхезија за глеђ је обезбеђивана применом *Adper Single Bond 2 – ASB (3M ESPE)*, односно применом *Adper Easy One – AEO (3M ESPE)*. Светлосна полимеризација композитног материјала (*Filtek Ultimate – FU; 3M ESPE*) вршена је стандардним халогеним светлом (*HIP*) или тзв. *soft start* програмом (*SOF*).

Резултати Квантитативна и квалитативна анализа је показала боље микроморфолошко везивање композита за глеђ код *SOF* осветљавања и *ASB/FU* композитног система. На основу двосмерног *ANOVA* теста, разлике у вредности МИ између различитих светлоснополимеризујућих техника (*HIP*: 0,6707 и *SOF*: 0,2395) биле су статистички значајне ($p < 0,001$), као и разлике између композитних система (*ASB/FU*: 0,0470 и *AEO/FU*: 0,8651; $p < 0,001$).

Закључак Бољи маргинални припој композита за глеђ обезбеђен је применом *SOF* осветљавања код оба композитна система.

Кључне речи: композитне смоле; светлосна полимеризација; адхезиви; глеђ

УВОД

Композитни материјали данас могу да надокнаде изгубљено зубно ткиво уз потпуне функционалне и естетске захтеве. Међутим, дуготрајност композитних испуна је уско повезана с квалитетом везе за тврде зубне структуре. Правилан избор композитног система и добра клиничка техника су неопходни услови за постизање квалитета везивања материјала за глеђ и дентин зуба [1, 2].

Главни проблем светлоснополимеризујућих композита је контракција током полимеризације. Наиме, током остваривања везе композитних материјала преко дентинског адхезива, за зубне структуре настају иницијални и резидуални полимеризациони стресови дуж зидова кавитета који узрокују настанак микропукотине [3, 4]. Бројна истраживања су показала да почетно светло смањеног интензитета обезбеђује бољу маргиналну адаптацију. Слабији интензитет светла на почетку полимеризације омогућа-

ва бољу адаптацију и течење материјала пре него што достигне тачку желирања, чиме се смањује контракциони стрес и омогућава боља маргинална адаптација [5-10]. Тзв. *soft start* полимеризација обезбеђује почетни период светлосне активације ниског интензитета, а потом јачег интензитета, чиме се обезбеђује бољи маргинални интегритет и без нарушавања механичких особина материјала [6]. Међутим, уколико композитни материјал не прими довољну количину светлосне енергије одређене таласне дужине из апарата за осветљавање, обично долази до непотпуне полимеризације мономера, слабије јачине везе, слабљења механичких својства композита, могућности ослобађања невезаних мономера у усну дупљу и појаве генотоксичности [11].

На квалитет рубног затварања светлоснополимеризујућих композита утичу многи фактори, пре свега избор материјала, одабир светлосног извора, односно техника апликације материјала и техника осветља-

Correspondence to:

Stefan DAČIĆ
Maksima Gorkog 8/35
18000 Niš
Srbija
stefandacic1978@yahoo.com

вања. Конфузија и контрадикторности настају услед постојања великог броја и врста фотополимеризујућих извора, као и техника светлосне полимеризације.

ЦИЉ РАДА

Циљ рада је био да се квантитативно и квалитативно процени веза композитних материјала за глеђ и утврде вредности маргиналног индекса у глеђи након примене две технике светлосне полимеризације и два композитна система.

МЕТОДЕ РАДА

Као материјал у истраживањима коришћено је 40 екстрахованих људских молара. Двадесет зуба с композитним рестаурацијама пете класе коришћено је за квантитативну процену везе композита за глеђ, односно мерење ширине и дужине маргиналне пукотине дуж обима рестаурације. Преосталих двадесет зуба, такође с рестаурацијама пете класе, пресецао је кроз рестаурације ради квалитативне анализе припоја композитне смоле за глеђ применом скенинг-електронске микроскопије (СЕМ).

Припрема зуба за мерење дужине и ширине маргиналне пукотине у глеђи

Двадесет свеже екстрахованих људских молара је очишћено од конкремената и остатака меког ткива.

Кавитети пете класе препарисани су ротирајућим инструментима. Ради стандардизације кавитета, увек је коришћено округло дијамантско сврдло (107–126 μm , No 806314-001544016, Мајзингер, Немачка), које је коришћено за пет препарација. Димензије кавитета су биле 2,5–3,0 mm у хоризонталном правцу и 2 mm у вертикалном правцу, максималне дубине до 3 mm , што је контролисано градуисаном сондом. Све ивице кавитета су биле изнад глеђно-цементне границе. Глеђне ивице су закошаване 0,5–1 mm финим пламичастим дијамантским сврдлом (40 μm , ISO 806204 lot 540570) уз коришћење мањих брзина ротације.

Десет зуба је рестаурисано композитним системом *Adper Single Bond 2 (ASB)* и *Filtek Ultimate (FU)* – двофазни адхезив, техника нагрзања и испирања и хибридни нанокомпозит, и чинило је прву групу узорака, док је преосталих десет зуба, рестаурисаних помоћу *Adper Easy One (AEO)* и *FU* – једнофазни адхезив, техника самонагрзања и хибридни нанокомпозит, чинило другу групу узорака (Табела 1).

Адхезивни поступак нагрзања и испирања

Наношење *ASB* адхезива је вршено тако што су ивице глеђи и цела површина кавитета нагрзани кеселином *Scotchbond Etchant (3M ESPE)* током 15 секунди, а потом испирани 10 секунди и благо осушени куглицом вате. Адхезив је наносен у два узастопна слоја покретима утрљавања 15 секунди. Благом струјом ваздуха у трајању од пет секунди истањиван је слој адхезива и полимеризован стандардним светлом 10 секунди.

Табела 1. Материјали обухваћени испитивањем (према подацима произвођача 3M ESPE)

Table 1. Materials included in research (information from 3M ESPE)

Материјали Materials	Састав Composition	Lot#	Скраћеница за материјале Abbreviation of materials
<i>Adper Single Bond 2</i> (3M ESPE)	Двофазни конвенционални адхезив са нагрзањем и испирањем: етил алкохол, <i>BisGMA</i> , силика третирана силаном (наночестице величине 5 nm), <i>HEMA</i> , глицерол-диметакрилат, кополимер акрилне и итаконичне киселине, <i>UDMA</i> , вода Etch and rinse, two- steps, conventional adhesive: ethyl alcohol, <i>BisGMA</i> , silane treated silica (nanofiller 5 nm), <i>HEMA</i> , glycerol dimethacrylate, copolymer of acrylic and itaconic acids, <i>UDMA</i> , water	N208826	ASB
<i>Adper Easy One</i> (3M ESPE)	Самонагрзајући адхезив, једнофазни: <i>HEMA</i> , <i>BisGMA</i> , вода, етанол, хексил естри фосфорне и метакрилне киселине, силика третирана силаном (наночестице величине 7 nm), хексанедиол-диметакрилат, кополимер акрилне и итаконичне киселине, камфорхинон, триметилбензоилдифенил-фосфиноксид Self etch, one-step adhesive: <i>HEMA</i> , <i>BisGMA</i> , water, ethanol, phosphoric acid-metakriloksi hexylesters, silane treated silica (nanofiller 5 nm), hexanediol dimetakrilat, copolymer of acrylic and itaconic acid, camphorquinone, trimethylbenzoyldiphenyl phosphine oxide	N440569	AEO
<i>Filtek Ultimate</i> (3M ESPE)	Нанохибридни композит: <i>UDMA</i> , <i>BisGMA</i> , <i>BisEMA</i> , <i>TEGDMA</i> , силицизирана керамика, силицијум, вода Nanohybrid composite: <i>UDMA</i> , <i>BisGMA</i> , <i>BisEMA</i> , <i>TEGDMA</i> , silane treated ceramic, silicon, water	N218622	FU

BisGMA – бисфенол А диглицидил етар-метакрилат; *HEMA* – 2-хидроксиетил метакрилат; *UDMA* – диуретан-диметакрилат; *BisEMA* – бисфенол А полиетилен гликол диетар-диметакрилат; *TEGDMA* – триетиленгликол-диметакрилат

BisGMA – bisphenol A diglycidyl ether dimethacrylate; *HEMA* – 2-hydroxyethylmethacrylate; *UDMA* – diurethan dimethacrylate; *BisEMA* – bisphenol A polyethilen glycol diether dimethacrylate; *TEGDMA* – threethilen glycol dimethacrylate

Адхезивни поступак самонагризања

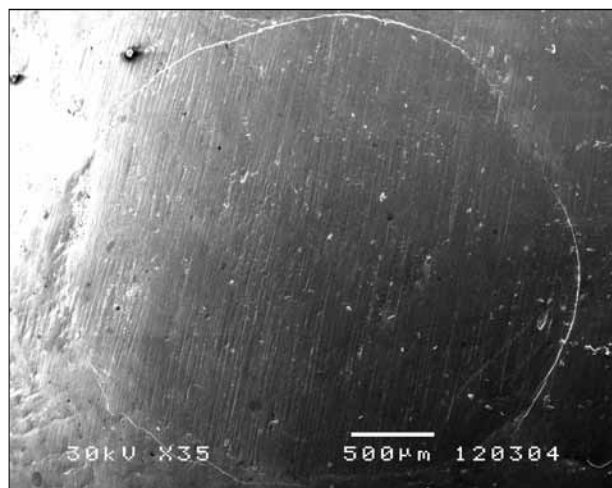
Наношење АЕО адхезива на површине глеђи и денти-на вршено је 30 секунди уз покрете утрљавања. Вишак адхезива одстрањиван је струјом ваздуха ради добијања сјајног, течног филма на површини кавитета. Затим је адхезив полимеризован стандардним светлом 10 секунди.

Након наношења нанохибридног композита FU у једном слоју, пет рестаурација из прве групе и пет рестаурација из друге групе (10 зуба) је полимеризовано стандардно, светлом високог интензитета (енгл. *high intensity power* – HIP), 800 mW/cm^2 у трајању од 40 секунди, а по пет преосталих рестаурација из обе групе полимеризовано је постепено, применом тзв. *soft start* технике (SOF), светлом нижег интензитета 10 секунди, а затим светлом високог интензитета до 60 секунди (400 mW/cm^2 10 секунди + 800 mW/cm^2 до 60 секунди). Адхезивна средства и композитни материјали су полимеризовани халогеном лампом *Elipar Highlight* (3M ESPE; No 938020000257) уз стриктно поштовање упутства произвођача. Јачина светлости на светловоду лампе контролисана је екстерним радиометром (*Demetron CT*, САД).

Вишак композита је уклањан полирањем рестаурација *Soflex* дисковима (3M ESPE). Полирање је контролисано применом 12 пута већег увећања на стерео микроскопу. Узорци су потом стављани у физиолошки раствор на температури од 37°C , након 24 часа испирани у алкохолу и сушени.

Након фиксирања узорка за цилиндричне носаче (*Dotite point xc 12 carbon*, JEOL) наношен је танак слој злата по њиховој површини (*JFC 1100E IonSputter*, JEOL).

Маргинални припој композитних рестаурација је анализиран помоћу скенинг-електронског микроскопа (*JSM-5300*, JEOL).



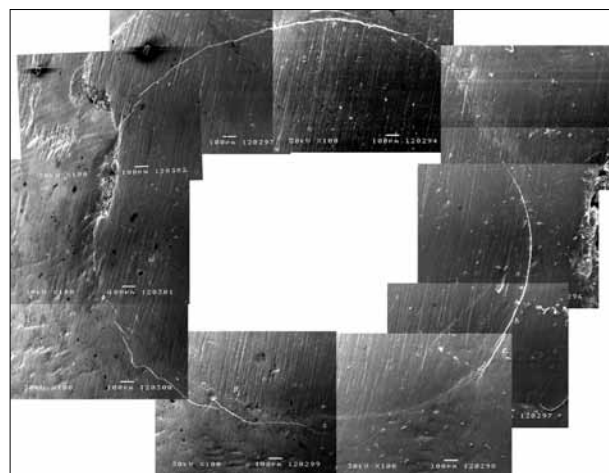
Слика 1. СЕМ микрографски снимак целог обима испуна од ASB/FU композитног система. FU је полимеризован стандардном (HIP) техником (увеличање $\times 35$).

Figure 1. SEM micrography of the complete filling with ASB/FU composite system. FU was polymerized using standard (HIP) technique (magnification $\times 35$).

ASB – Adper Single Bond 2; FU – Filtek Ultimate; HIP – high intensity power

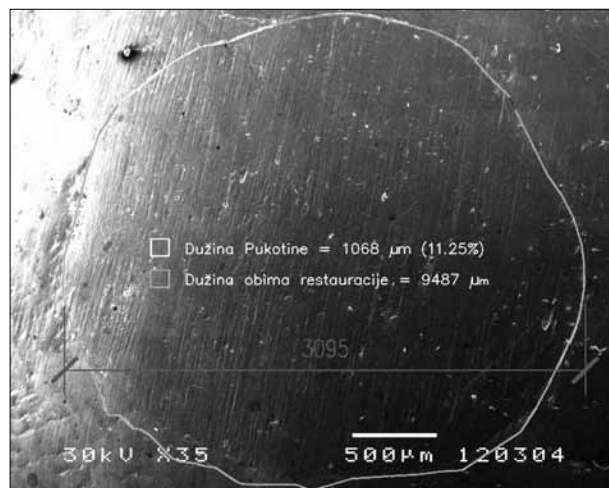
Мерење дужина маргиналних пукотина

За сваки узорак урађени су СЕМ микрографски снимци композитних рестаурација при увећању од 35 пута ради приказа читавог обима рестаурације на једном снимку (Слика 1). Затим су сукцесивно снимани делови обима рестаурације до пуне дужине обима, при увећању од 100 пута, како би се проверило постојање маргиналне пукотине, измерила њена дужина у микрометрима и приказала процентуално у односу на укупну дужину обима рестаурације (Слика 2). Процент дужине пукотине (ПП) је, поред ширине пукотине (ШП), био неопходан параметар за израчунавање маргиналног индекса (МИ): $\text{МИ} = \text{ПП} \times \text{ШП} / 100$ [2, 4, 8, 9, 10].



Слика 2. Компјутерска монтажа СЕМ микрографских снимака при увећању од 100 пута на обим рестаурације снимљен с увећањем од 35 пута. Ивице рестаурације су трасиране компјутерски до пуног обима композитног испуна од ASB/FU полимеризованог HIP техником.

Figure 2. Computerized editing of SEM micrographies with 100 \times magnification of the restoration diameter recorded with 35 \times magnification. Restoration borders were traced by computer up to complete volume of ASB/FU filling, polymerized by HIP technique.



Слика 3. Дужина маргиналне пукотине и њен запис у микрометрима и процентима, измерена софтвером Autodesk AutoCAD, за рестаурацију од ASB/FU полимеризовану HIP техником

Figure 3. The length of marginal gap in micrometers and percentages, measured by Autodesk AutoCAD for restoration by ASB/FU, polymerized using HIP technique

На основу СЕМ микрографских снимака увећаних 35 пута, позициониране су и спајане фотографије увећане 100 пута. Позиционирање и мерење дужине пукотина на спојеним СЕМ микрографским снимцима при увеличању од 100 пута вршено је компјутерским програмом *Autodesk AutoCAD*. Истим програмом је најпре мерена укупна дужина обима рестаурације, затим дужина пукотине дуж обима, а потом израчунаван проценат дужине пукотине. Измерене дужине пукотина су затим учрпаване на СЕМ микрографским снимцима рестаурација снимљених при увећању од 35 пута (Слика 3).

Мерење ширина маргиналних пукотина

Ширине маргиналне пукотине мерене су на СЕМ микрографским снимцима такође помоћу софтвера *Autodesk AutoCAD*, при увећању од 1.000 пута, на два сегмента обима где је пукотина била највише и најмање изражена (на пет тачака).

Статистичка обрада података

Статистичка анализа урађена је дескриптивном и аналитичком статистичком методологијом применом двосмерног (*two-way*) ANOVA теста (двофакторска анализа за две светлоснополимеризујуће технике и два композитна система). Одређивана је статистичка значајност утицаја технике осветљавања и композитног система на МИ композитних испуна у глеђи.

Табела 2. Просечне вредности маргиналног индекса у зависности од технике светлосне полимеризације

Table 2. Average values of marginal index in relation with technique of photopolymerization

Осветљавање Light curing	Композитни систем Composite system	N	Маргинални индекс Marginal index			
			\bar{X}	SD	Min	Max
HIP	ASB/FU	50	0.0678	0.09134	0.00	0.57
	AEO/FU	49	1.2858	0.91431	0.00	3.98
	Укупно Total	99	0.6707	0.88783	0.00	3.98
SOF	ASB/FU	50	0.0262	0.03213	0.00	0.14
	AEO/FU	50	0.4528	0.48850	0.00	1.81
	Укупно Total	100	0.2395	0.40568	0.00	1.81
Укупно Total	ASB/FU	100	0.0470	0.07125	0.00	0.57
	AEO/FU	99	0.8651	0.83903	0.00	3.98
	Укупно Total	199	0.4540	0.72051	0.00	3.98

HIP – светло високог интензитета (стандардно осветљавање); SOF – светло нижег па вишег интензитета (постепено осветљавање); N – број зуба; \bar{X} – аритметичка средина; SD – стандардна девијација; Min – најмања вредност; Max – највећа вредност

HIP – high intensity power of light (standard curing); SOF – soft start (two-step curing); N – number of teeth; \bar{X} – mean value; SD – standard deviation; Min – minimal value; Max – maximal value

Припрема узорака за квалитативну СЕМ анализу припоја композита за глеђ (пресек кроз рестаурације)

Двадесет композитних испуна пете класе припремљено је на већ описани начин. Најпре су сечени коренови зуба, а потом су крунице пресецање лонгитудинално кроз композитне испуне, како би се експонирао спој материјала и тврдих зубних ткива. Затим су пресеци полирани *Soflex* дисковима, кондиционирани 37-процентним раствором фосфорне киселине (60 секунди) и испирани спрејом воде уз ваздушни притисак. Након тога површина је натапана двоцентним раствором натријум-хипохлорита (60 секунди) ради растварања органског дела дебриса [12]. По идентификацији адхезивног споја материјала и глеђи, помоћу СЕМ је вршена микроморфолошка анализа хибридног слоја и трнова смоле. Узорци су посматрани при увеличању од 1.000 и 3.500 пута.

РЕЗУЛТАТИ

Резултати квантитативне СЕМ анализе припоја композитних смола за глеђ (обим рестаурације)

На основу измерених дужина и ширина маргиналних пукотина око композитних испуна у глеђи утврђена је најмања вредност МИ (0,0262±0,03213) после примене SOF технике светлосне полимеризације и материјала ASB/FU. Највећи просечни МИ (1,2858±0,9143) изме-

Табела 3. Значајност разлика између примењених техника светлосне полимеризације и коришћених композитних система

Table 3. Importance of differences between used techniques of photopolymerization and used composite systems

Извор Source	Маргинални индекс Marginal index			
	df	Mean square	F	p
Кориговани модел Corrected model	3	16.836	62.799	<0.001
Константа регресије Intercept	1	41.772	155.810	<0.001
Осветљавање Light curing	1	9.512	35.480	<0.001
Композитни систем Composite system	1	33.637	125.464	<0.001
Осветљавање + Композитни систем Light curing + Composite system	1	7.788	29.051	<0.001
Грешка Error	195	0.268		
Укупно Total	199			
Кориговани укупни скор Corrected total	198			

df – степен слободe; Mean square – квадрат аритметичке средине варијансе; F – емпиријска вредност; p – статистичка значајност

df – degree of freedom; Mean square – estimate of population variance based on the variability among a given set of measures; F – empirical value; p – statistical significance

рен је код стандардне светлосне полимеризације (HIP) и примене материјала AEO/FU (Табела 2).

У табели 2 су приказане и просечне вредности МИ у зависности од технике осветљавања. Разлике просечних вредности овог индекса између различитих светлоснополимеризујућих техника (HIP: 0,6707; SOF: 0,2395) биле су статистички значајне, као и разлике између композитних система (ASB/FU: 0,0470; AEO/FU: 0,8651) (Табела 3).

У табели 3 је приказана значајност добијених разлика у МИ помоћу теста ANOVA. Разлике у вредностима МИ услед коришћења различитих техника светлосне полимеризације биле су статистички значајне ($F=35,480$; $p<0,01$), као и разлике услед коришћења различитих композитних система ($F=125,464$; $p<0,001$). Уочено је да постоји интеракција између техника светлосне полимеризације и композитних система ($F=29,051$; $p<0,001$).

У овом испитивању уочен је најбољи маргинални припој композита за глеђ по обиму рестаурација од ASB/FU полимеризованих техником SOF (Слика 4). Слабији квалитет везе композита за глеђ утврђен је око рестаурација од AEO/FU полимеризованих техником HIP (Слика 5).

Резултати квалитативне СЕМ анализе припоја композитних смола за глеђ (пресек кроз рестаурације)

Квалитативна анализа је утврдила најбољу микроморфолошку повезаност композита за глеђ након коришћења SOF осветљавања ASB/FU композитног система.

Код адхезивне технике нагризања и испирања глеђни хибридни слој се састојао од два елемента: повр-

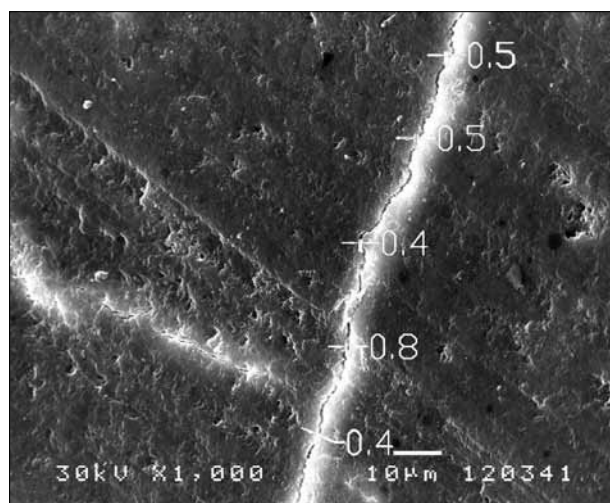
шински инфилтроване смоле и формираних трнова смоле који продиру у интерпризматске просторе глеђи. Због тога је адхезив ASB формирао дебљи хибридни слој (5–10 μm), као и краће и дуже трнове смоле на споју са глеђним ткивом.

Код адхезивне технике самонагризања глеђни хибридни слој се састојао углавном од површински инфилтроване смоле, с непотпуном и минималном нагризеношћу призматичне глеђи. Због тога је адхезив AEO формирао танак хибридни слој (1–3 μm) на призматичној глеђи, али без трнова смоле, тако да је често долазило до његовог одвајања од глеђи (Слике 6, 7, 8 и 9).

ДИСКУСИЈА

Полимеризација денталних композита је уско повезана са запреминском контракцијом материјала и контракционим стресом, што доводи до неприродне везе на споју рестаурације и кавитета. Када контракциони стрес надмаши јачину везе, маргинални припој се губи и настаје пукотина на споју композита и зуба [13, 14]. Контракција расположивих композита је на нивоу од 2% до 4%. Услед полимеризационе контракције и стреса ремети се веза композитне смоле са зубом и долази до оштећења адхезивног споја материјала и зуба [15].

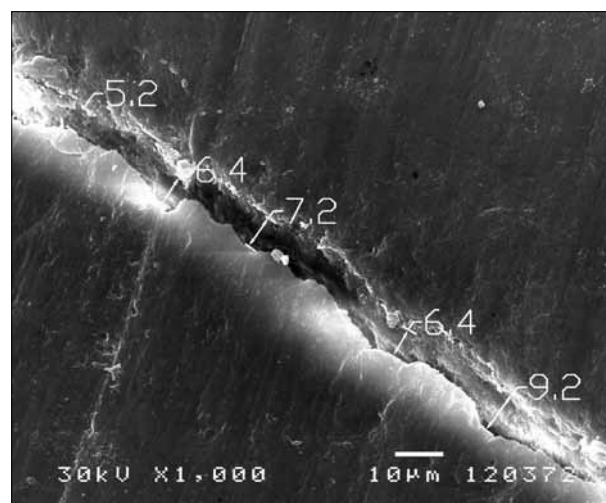
Светлосна полимеризација је важан фактор за успех и дуготрајност испуна. Светлосни извор може да варира у својој спектралној емисији и јачини. Ради оптималног клиничког успеха, полимеризациони протокол мора одговарати композитном материјалу, односно мора имати одговарајућу јачину светлости и таласну дужину [16]. Док произвођачи форсирају новије технологије светлосних извора, за већину клиничких лекара



Слика 4. СЕМ микрографски снимак сегмента обима рестаурације од ASB/FU полимеризоване SOF техником, с минималном микропукотином (измерене вредности ширине пукотине у μm ; увеличање $\times 1000$)

Figure 4. SEM micrography of the segment of ASB/FU restoration polymerized by SOF technique, with minimal microgap (values of gap width in μm ; magnification $\times 1000$)

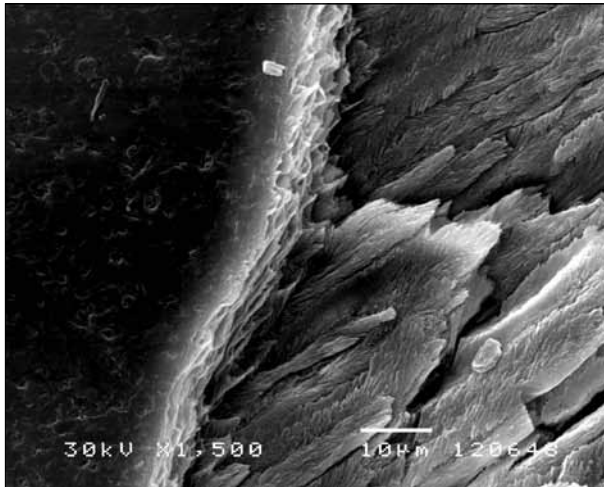
SOF – soft start



Слика 5. СЕМ микрографски снимак дела обима рестаурације од AEO/FU полимеризоване HIP техником, са значајном пукотином (измерене вредности ширине пукотине у μm ; увеличање $\times 1000$)

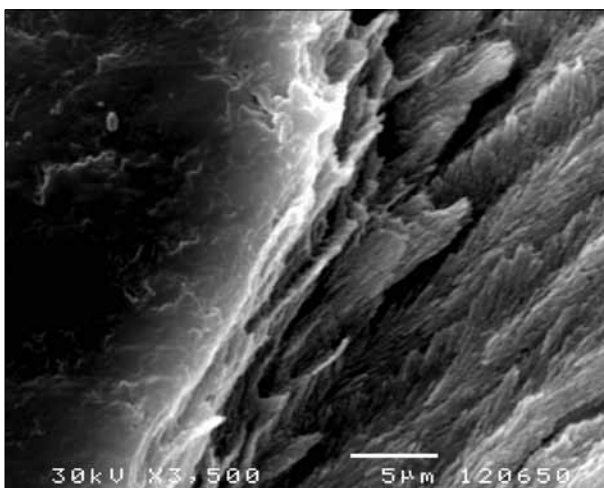
Figure 5. SEM micrography of a part of AEO/FU restoration, polymerized by HIP technique, with significant gap (values of gap width in μm ; magnification $\times 1000$)

AEO – Adper Easy One



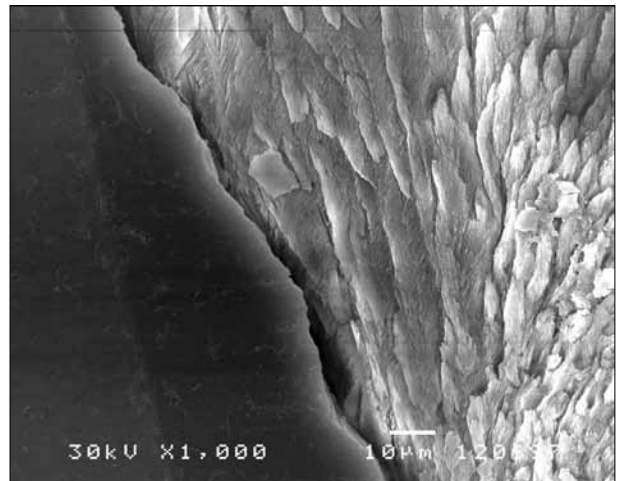
Слика 6. SEM микрографски снимак маргиналног припоја композитног система ASB/FU за глеђ уз примену SOF технике осветљавања композита. Изражени микротрнови смоле. Нема микропукотине на споју рестаурације и глеђи. Пресек кроз рестаурацију $\times 1500$.
Figure 6. SEM micrography of marginal bond between composite system ASB/FU and enamel, using SOF technique for light curing of the composite. Visible microtags of resin. No microgap at the place of bond between restoration and enamel. Cross section of the restoration $\times 1500$.

је класична QTH (*quartz tungsten halogen*) лампа и даље основно средство за фотополимеризацију. Данас су све популарније LED лампе (енгл. *light emitting diode*), које се због своје ефикасности и емисионог спектра све чешће користе у клиничкој пракси [16]. Прве генерације LED апарата су захтевале двоструко дужу експозицију у односу на QTH апарате. Испитивањем дисперзије светла LED апарата потврђено је да последња генерација ових апарата обезбеђује сличан или нешто бољи степен конверзије од QTH полимеризујућег светла. У истраживањима Леонарда (*Leonard*) [17] установљено је да је шест од седам LED полимеризујућих лампи показало сличне ефекте као QTH полимеризујуће светло. Нови QTH апарати нуде две клиничке опције: јако светло од 1200 mW/cm^2 и SOF технику светлосне



Слика 7. Припој ASB/FU материјала за глеђ уз примену SOF технике осветљавања композита (увеличање претходног SEM микрографског снимка $\times 3500$)

Figure 7. Bond between ASB/FU material and enamel with light curing by SOF method (magnification of previous SEM micrography $\times 3500$)

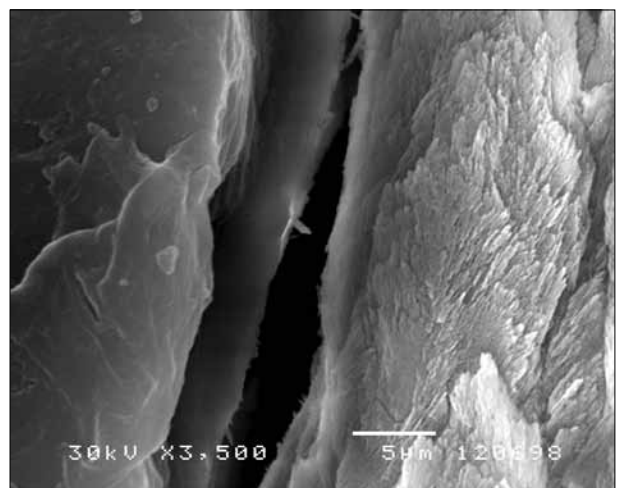


Слика 8. SEM микрографски снимак маргиналног припоја композитног система AEO/FU за глеђ, уз примену HIP технике осветљавања композита. Уочава се пукотина на споју композита и глеђи (пресек кроз рестаурацију $\times 1000$).

Figure 8. SEM micrography of marginal bond between composite system AEO/FU and enamel, using HIP light curing technique. A gap is observed at the place of bond between composite resin and enamel (cross section of restoration $\times 1000$).

полимеризације. SOF осветљавање почиње експозицијом ниског интензитета која се после неколико секунди повећава. Неколико истраживача је дошло до закључка да успорено осветљавање и продужење фазе течења композитних смола током везивања доводи до стварања мањег маргиналног зјапа [4-8]. Сврха успореног осветљавања је контрола контракционих сила композита помоћу успоравања степена полимеризације и продужења вискозно еластичне фазе композита. Испитивања *in vitro* указују на то да овакви протоколи програмираног осветљавања дају рестаурације са бољом адаптацијом за зубна ткива [2, 16].

У нашем истраживању је за светлосну полимеризацију композита коришћена халогена лампа *Elipar Highlight* (3M ESPE) која има програм стандардног и SOF



Слика 9. SEM микрографски снимак припоја рестаурација од AEO/FU за глеђ полимеризованих HIP техником, са значајном пукотином (пресек кроз рестаурацију $\times 3500$)

Figure 9. SEM micrography of the bond between restoration by AEO/FU and enamel, polymerized by HIP technique, with significant gap (cross section of restoration $\times 3500$)

осветљавања, као и LED лампа (*Elipar FreeLight*) истог произвођача, с истим програмима полимеризације. На основу измерених ширина и дужина маргиналних пукотина око композитних испуна у глеђи утврђен је најмањи просечни МИ ($0,0262 \pm 0,03213$) код постепеног (*SOF*) осветљавања и примене адхезивне технике нагрзања и испирања, а највећи просечни МИ ($1,2858 \pm 0,9143$) код стандардног осветљавања (*HIP*) и применом самонагрзајуће технике.

Добијени резултати су сагласни с налазима Луа (*Luо*) и сарадника [8], који су такође помоћу СЕМ истраживали ефекат два фактора на маргинални припој компомера за глеђ и дентин. Постепену или пулсно активирајућу технику су упоређивали с конвенционалном техником осветљавања. Закључили су да постепена или пулсна техника осветљавања значајно побољшава маргинални интегритет компомера. Утврдили су значајно мањи проценат микрпукотине код кавитета који су кондиционирани фосфорном киселином у концентрацији од 36% (поступак нагрзања и испирања). Луо и сарадници [2] су такође утврђивали МИ (при анализи маргиналне адаптације компомера за дентин) и пронашли значајно мањи МИ у групи зуба где се примењивала техника нагрзања и испирања ($0,3 \pm 0,6$) у односу на групу зуба где су користили технику самонагрзања ($3,8 \pm 4,0$). У истраживањима Мела (*Mehl*) и сарадника [4] утврђено је да режим иницијалног осветљавања светлом ниског интензитета уз завршну полимеризацију композита светлом високог интензитета даје значајно бољи ивични интегритет у поређењу са континуираним светлом високог интензитета.

За разлику од претходних налаза, већи број истраживача није утврдио разлике у квалитету маргиналне адаптације композита применом постепене или *SOF* технике полимеризације [18-22]. Другачији резултати се могу повезати с коришћењем другачијих методологија испитивања рубног затварања, других композитних система, па и различитих светлосних извора.

Блажићева и Живковић [18] су истраживали квалитет рубног затварања кавитета друге класе рестаурисаних различитим композитним материјалима после *SOF* и стандардне технике светлосне полимеризације, светлосним извором LED (*Elipar FreeLight*, 3M ESPE, САД). Разлике у добијеним резултатима у квалитету рубног затварања између тестираних композитних материјала након примене *SOF* и стандардне технике светлосне полимеризације нису биле статистички значајне. Хардан (*Hardan*) и сарадници [19] су истраживали да ли је *SOF* полимеризација погодна да умањи контракциони стрес и уочили да није било статистички значајних разлика у микроцурењу између различитих *SOF* полимеризационих модела чак и код нанопуњених и микрохбридних композита. Кавалканте (*Cavalcante*) и сарадници [23] су испитивали четири полимеризујућа светла: QTH, LED, AL (енгл. *argon ion laser*) и PAC (енгл. *plasma arc curing*). Нису нашли значајне разлике у резултатима између примењених полимеризујућих светала.

Сматра се да проблем с успореном светлосном полимеризацијом може бити у томе што може да изазове

неправилно формирање полимерне мреже. Резултати истраживања указују и на то да су конверзија и њена резултанта у виду запреминског скупљања најважнији фактори у развоју контракционих стресова код композита [24, 25]. Бројни налази такође потврђују да постепена светлосна полимеризација не утиче значајно на физичко-хемијске особине композита [26, 27, 28].

Квалитативна СЕМ анализа припоја композитних смола за глеђ у нашем испитивању показала је бројне краће и дуже микротрнове полимеризоване смоле на споју *ASB/FU* материјала и глеђи. Микрпукотине најчешће није било након примене адхезивне технике нагрзања и испирања уз постепено осветљавање, док је код примене самонагрзајуће адхезивне технике, *AEO/FU* материјала и стандардног осветљавања веза била слабијег квалитета (често је запажена и микрпукотина). У ранијим СЕМ истраживањима Дачића и сарадника [29] такође је утврђен значајно бољи маргинални припој композита за глеђ при коришћењу адхезивног поступка нагрзања и испирања и материјала *ASB/Z250 (3M)*, у односу на самонагрзајући поступак и материјал *APL Pop/Z250 (3M)*, уз стандардно осветљавање композита, што је у складу с налазима овог истраживања.

СЕМ техника пружа довољну резолуцију микрографских снимака за идентификовање формација широких неколико микрометара, као што је маргинална пукотина. СЕМ се користи за испитивање квалитета ивица рестаурација, при чему се категоризација ивица врши на различите начине: вишак материјала на споју, материјал испод нивоа ивица кавитета, фрактура ивица материјала, фрактура ивица глеђи, деминерализација ивица глеђи, идеална или континуирана ивица (прелаз између рестауративног материјала и зубног ткива није јасно уочљив) и ивица с пукотином. Најчешће се разматрају само дужина континуиране ивице и ивице с пукотином (као и ширина пукотине), а занемарују остале категорије ивица с обзиром на то да чине мали проценат укупне дужине обима рестаурација [2, 8, 9, 10, 30, 31, 32]. Међутим, СЕМ анализе могу да процењују само површинске аспекте. Ако се користе природни зуби пукотине настале као последица сушења, тешко се могу разликовати од пукотина насталих услед контракција [33].

Анализа коначних елемената (енгл. *finite element analysis – FEA*) је алтернативни приступ моделовању оријентације полимеризационе контракције и опонаша клиничко стање, али је ограничена неким претпоставкама компјутерског моделовања [33]. Дакле, не постоји савршено мерење које одговара клиничкој ситуацији, јер већина подешавања је идеализована и поједностављена у односу на стварне услове.

Рендгенска микрокомпјутерска томографија (енгл. *micro-CT*) се онедавно користи за анализу међуконтакта дентина и композитних адхезива ради проучавања тродимензионалне (3D) маргиналне адаптације светлоснополимеризујућих композитних рестаурација [34]. Доступност високе резолуције *micro-CT* данас омогућава постизање актуелне 3D информације из

кавитета током полимеризације [35, 36]. Ова метода визуелизује стварну деформацију вектора генерисаних помоћу настале контракције.

Полимеризација композитних смола је комплексни феномен. Клинички је ограничена могућност позиционирања светлосног извора директно на слој композита. Позиција врха проводника светла (хомогеност светла) и дивергентни угао се сматрају главним фактором ефикасности полимеризујућег светла. Потребни су и клинички докази о утицају светлоснополимеризујућих и адхезивних техника на квалитет припоја композитних смола за зубна ткива [30].

ЛИТЕРАТУРА

1. Frankenberger R, Franklin RT. Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dent Mater.* 2005; 21:397-412.
2. Luo Y, Lo ECM, Wei SHY, Tay FR. Marginal adaptation of a new compomer under different conditioning methods. *J Dent.* 2000; 28:495-500.
3. Ferracane JL. Developing a more complete understanding of stresses produced in dental composites during polymerization. *Dent Mater.* 2005; 21:36-42.
4. Mehl A, Hickel R, Kunzelmann KH. Physical properties and gap formation of light-cured composites with and without softstart polymerization. *J Dent.* 1997; 3-4:321-30.
5. Goracci G, Casa de Martinis L, Mori G. Curing light intensity and marginal leakage of composite resin restorations. *Quintess Int.* 1996; 27:355-62.
6. Unterbrink GL, Muessner R. Influence of light intensity on two restorative systems. *J Dent.* 1995; 23:183-9.
7. Uno S, Asmussen E. Marginal adaptation of a restorative resin polymerized at reduced rate. *Scand J Dent Res.* 1991; 99:440-4.
8. Luo Y, Lo ECM, Wei SHY, Tay FR. Comparison of pulse activation vs conventional light-curing on marginal adaptation of a compomer conditioned using a total-etch or a self-etch technique. *Dent Mater.* 2002; 18:36-48.
9. Hansen EK. Effect of postponed polishing on marginal adaptation of resin used with dentin bonding agent. *Scand J Dent Res.* 1988; 96:260-4.
10. Krejci I, Planinic M, Stavridakis M, Bouillaguet S. Resin composite shrinkage and marginal adaptation with different pulse-delay light curing protocols. *Eur J Oral Sci.* 2005; 113:531-6.
11. Prica D, Galic N, Zeljezic D, Prica A. Genotoxicity evaluation of five different dentin bonding agents by chromosomal aberration analysis. *J Oral Rehabil.* 2006; 33:462-71.
12. Margvelashvili M, Goracci C, Beloica M, Papacchini F, Ferrari M. In vitro evaluation of bonding effectiveness to dentin of all-in-one adhesives. *J Dent.* 2010; 38:106-12.
13. Davidson CL, deGee AJ, Feilzer A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res.* 1984; 63:1396-9.
14. Brannstrom M. The cause of postrestorative sensitivity and its prevention. *J Endodont.* 1986; 12:475-81.
15. Munck JDE, Van Landuyt K, Peumans M, Van Meerbeek BA. Critical review of the durability of an adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res.* 2005; 84:118-32.
16. Caughman WF, Rueggeberg FA. Shedding new light on composite polymerisation. *Oper Dent.* 2002; 27:636-8.
17. Leonard DL. Critical appraisal. Light-emitting-diode curing lights-revisited. *J Esthet Restor Dent.* 2007; 19(1):56-62.
18. Blažić L, Živković S. Uticaj "soft start" polimerizacije na kvalitet rubnog zatvaranja kompozitnih ispuna. *Stomatološki glasnik Srbije.* 2003; 50:59-64.
19. Hardan LS, Amm EW, Ghayad A. Effect of different modes of light curing and resin composites on microleakage of Class II restorations. *Odontostomatol Trop.* 2009; 32:29-37.
20. Planinic KI, Stavridakis M, Bouillaguet S. Resin composite shrinkage and marginal adaptation with different pulse-delay light curing protocols. *Eur J Oral Sci.* 2005; 113:531-6.
21. Caughman WF, Rueggeberg FA, Curtis JW. Clinical guidelines for photocuring restorative resins. *J AM Dent Assoc.* 1995; 126:1280-2.
22. Swift EJ. Critical appraisal. Visible light-curing: Part I. *J Esthet Restor Dent.* 2001; 13:140-3.
23. Cavalcante LMA, Paris AR, Ambrosano GMB, Ritter AV, Pimenta LAF. Effect of photoactivation systems and resin composites on the microleakage of esthetic restorations. *J Contemp Dent Pract.* 2007; 8(2):70-9.
24. Lim B-S, Ferracane JL, Sacaguchi RL, Condon JR. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light activation. *Dent Mater.* 2002; 18:436-44.
25. Lovell LG, Newman SM, Donaldson MM, Bowman CN. The effect of light intensity on double bond conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. *Dent Mater.* 2003; 19:458-65.
26. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. *J Dent Res.* 2001; 80:1570-3.
27. Asmussen E, Peutzfeldt A. Two-step curing: influence on conversion and softening of a dental polymer. *Dent Mater.* 2003; 19:466-70.
28. Moon HJ, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Effects of various light curing methods on the leachability of uncured substances and hardness of composite resin. *J Oral Rehab.* 2004; 31:258-64.
29. Dačić S, Dačić-Simonović D, Živković S, Radičević G, Mitić A, Stanojević I, et al. SEM analiza kvaliteta ivičnog pripoja kompozitnih ispuna za gleđ posle primene totalno nagrizajućeg i samonagrizajućeg adhezivnog sistema. *Srp Arh Celok Lek.* 2009; 137(9-10):475-81.
30. Harington E, Wilson HJ. Depth of cure of radiation-activated materials-effect of mould material and cavity size. *J Dent.* 1993; 21:305-11.
31. Dačić S, Dačić-Simonović D, Radičević G. Otpornost kondicionirane gleđi na dejstvo kariogenih rastvora. *Srp Arh Celok Lek.* 2008; 136:361-6.
32. Dacic S, Dacic Simonovic D, Radicevic G, Mitic A, Tosic G, Ristic I, et al. Marginal gap and alteration of enamel around adhesive restorations of teeth (in vitro SEM investigation). *Acta Fac Med Naiss.* 2011; 28:109-18.
33. Chiang YC, Rösch P, Dabanoglu A, Lin CP, Hickel R, Kunzelmann KH. Polymerization composite shrinkage evaluation with 3D deformation analysis from micro CT images. *Dent Mater.* 2010; 26:223-31.
34. De Santis R, Mollica F, Prisco D, Rengo S, Ambrosio L, Nicolais L. A 3D analysis of mechanically stressed dentin-adhesive-composite interfaces using X-ray micro-CT. *Biomater.* 2005; 26:257-70.
35. Kakaboura A, Rahiotis C, Watts D, Silikas N, Eliades G. 3D-marginal adaptation versus setting shrinkage in light-cured microhybrid resin composites. *Dent Mater.* 2007; 23:272-8.
36. Sun J, Lin-Gibson S. X-ray microcomputed tomography for measuring polymerization shrinkage of polymeric dental composites. *Dent Mater.* 2008; 24:228-34.

ЗАКЉУЧАК

Квантитативна анализа ивичног припоја композитних испуна за gleđ показала је мањи маргинални индекс gleђи након примене постепеног *soft start* осветљавања и коришћења *ASB/FU* композитног система у односу на стандардно осветљавање и *AEO/FU* композитни систем. Квалитативна анализа је потврдила боље микроморфолошко везивање композитних смола за gleđ након примене *ASB/FU* композитног система уз адхезивни поступак нагрзања и испирања код обе технике светлосне полимеризације.

Scanning Electron Microscopy Analysis of Marginal Adaptation of Composite Resines to Enamel after Using of Standard and Gradual Photopolymerization

Stefan Dačić¹, Dragica Dačić-Simonović¹, Slavoljub Živković², Miloš Dačić³, Goran Radičević¹, Aleksandar Mitić¹, Goran Tošić¹, Marko Igić¹

¹Department of Stomatology and Endodontics, Dental Clinic, Faculty of Medicine, University of Niš, Niš, Serbia;

²Clinic of Mouth and Teeth Diseases, School of Dental Medicine, University of Belgrade, Belgrade, Serbia;

³Faculty of Civil Engineering and Architecture, University of Niš, Niš, Serbia

⁴Department of Dental Prosthetics, Faculty of Medicine, Dental Clinic, Faculty of Medicine, University of Niš, Niš, Serbia

Introduction Bonding between composite and hard dental tissue is most commonly assessed by measuring bonding strength or absence of marginal gap along the restoration interface. Marginal index (MI) is a significant indicator of the efficiency of the bond between material and dental tissue because it also shows the values of width and length of marginal gap.

Objective The aim of this investigation was to estimate quantitative and qualitative features of the bond between composite resin and enamel and to determine the values of MI in enamel after application of two techniques of photopolymerization with two composite systems.

Methods Forty Class V cavities on extracted teeth were prepared and restored for scanning electron microscope (SEM) analysis of composite bonding to enamel. Adhesion to enamel was achieved by Adper Single Bond 2 – ASB (3M ESPE), or by

Adper Easy One – AEO (3M ESPE). Photopolymerization of Filtek Ultimate – FU (3M ESPE) was performed using constant halogen light (HIP) or soft start program (SOF).

Results Quantitative and qualitative analysis, showed better mikromorphological bonding with SOF photopolymerization and ASB/FU composite system. Differences in MI between different photopolymerization techniques (HIP: 0.6707; SOF: 0.2395) were statistically significant ($p < 0.001$), as well as differences between the composite systems (ASB/FU: 0.0470; AEO/FU: 0.8651) ($p < 0.001$) by two-way ANOVA test.

Conclusion Better marginal adaptation of composite to enamel was obtained with SOF photopolymerization in both composite systems.

Keywords: composite resin; photopolymerization; adhesive; enamel

Примљен • Received: 20/12/2012

Ревизија • Revision: 25/09/2013

Прихваћен • Accepted: 02/10/2013