

ELŻBIETA JODKOWSKA¹, KONRAD MAŁKIEWICZ¹, JOANNA KARAŚ²

Ocena wytrzymałości wiązania materiału złożonego z zębina z wykorzystaniem dwóch systemów łączących

Assessment of Bonding to Dentine of the Dental Composite Used with Two Bonding Systems

¹ Zakład Stomatologii Zachowawczej Instytutu Stomatologii Warszawskiego Uniwersytetu Medycznego

² Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie

Streszczenie

Cel pracy. Porównanie wytrzymałości wiązania na ścinanie między zębina pokrytą dwoma różnymi systemami łączącymi i materiałem złożonym Esthet X[®].

Materiał i metody. Materiał badawczy stanowiły zęby przedtrzonowe bez klinicznych oznak próchnicy. Z zębów tych przygotowano próbki zębiny o kształcie walca. Na przygotowane próbki nakładano systemy wiążące i materiał wypełniający zgodnie z zaleceniami producenta. Test wytrzymałości wiązania na ścinanie przeprowadzono za pomocą maszyny testującej INSTRON, z szybkością przemieszczania głowicy tnącej 0,5 mm/min. Notowano maksymalne obciążenia, przy których materiał odpadał od próbek, wyniki wyrażano w MPa.

Wyniki. Średnia wartość wytrzymałości wiązań materiału Esthet X z zębina z wykorzystaniem systemu łączącego Prompt L Pop[®] wynosiła 17,35 MPa przy standardowym odchyleniu 1,53, a z zastosowaniem systemu wiążącego Prime&Bond NT[®] 20,00 MPa przy standardowym odchyleniu 1,92. Analiza statystyczna nie wykazała znamiennych istotności między wartościami odnotowanymi dla ocenianych systemów łączących.

Wnioski. W warunkach obecnego badania systemy łączące Prompt L Pop i Prime&Bond NT charakteryzują się zbliżoną skutecznością tworzenia połączenia materiału złożonego z zębina (**Dent. Med. Probl. 2010, 47, 4, 430–434**).

Słowa kluczowe: polimerowe materiały łączące z zębina, wytrzymałość wiązań na ścinanie, badania laboratoryjne.

Abstract

Objectives. The aim of study was to assess the effect of two different conditioning methods on the shear bond strength of resin based composite Esthet X[®] to dentine.

Material and Methods. The caries-free premolars divided into two groups were sectioned according to their cylindrical shape. The enamel was removed and two bonding systems: Prime&Bond NT[®] and Prompt-L-Pop[®] were applied on exposed dentine according to the manufacturer instructions. Resin composite was bonded to the conditioned surfaces incrementally and polymerized with light. The shear bond test was accomplished in a universal testing machine INSTRON with a crosshead speed 0.5 mm/min.

Results. The mean shear bond strength for the Prompt L Pop group was 17.35 MPa with standard deviation 1.53 and for the Prime&Bond NT group 20.00 MPa with SD 1.92. Statistical test did not reveal any significant difference between the evaluated bonding systems.

Conclusions. In conditions of present study evaluated bonding system provided comparable values of the bond strength to dentine (**Dent. Med. Probl. 2010, 47, 4, 430–434**).

Key words: polymeric dentine bonding agents, shear bond test, laboratory study.

W ostatnich latach zauważa się ogromny postęp w doskonaleniu materiałów złożonych służących do wypełnienia ubytków twardych tkanek zębów. Wraz z rozwojem materiałów nastąpił

znaczny rozwój systemów łączących będących podstawą techniki adhezyjnej. Początkowo główny nacisk kładziono na polepszenie samego połączenia materiału wypełniającego z tkankami zęba.

Pierwsze materiały łączące pozwalały na utworzenie połączenia materiału tylko ze szkliwem w sposób mechaniczny. Najnowsze systemy natomiast pozwalają na utworzenie połączenia ze szkliwem i zębina na drodze mechanicznej i chemicznej, tym samym eliminują możliwość mikroprzecieku i konsekwencji z tym związanych [1–3]. Obecnie większą uwagę zwraca się na uproszczenie techniki adhezji, a więc sposobu użycia systemów wiążących przez włączenie środka wytrawiającego, tzw. primera (na bazie estrów lub pirofosforanu z lub bez dodatku HEMA) do całego systemu wiążącego, który wytwarza mikrostrukturę szkliwa, jaką dotychczas można było uzyskać tylko po konwencjonalnym wytrawieniu kwasem (37% kwas fosforowy).

Jednoskładnikowy system wiążący użyty w badaniu własnym łączy w sobie cechy uzdatniacza, primera i żywicy w jednym płynie. Komponenty płynów zostały umieszczone w zbiorniczkach, które po zgnieceniu mieszają się. W przypadku systemu Prompt L-Pop® (PL-P) są to metakrylanowe estry kwasu fosforowego, inicjatory, stabilizatory oraz woda i kompleks fluorowy. Użycie tego systemu nie wymaga osobnego trawienia tkanek, mimo że nie zawiera on w składzie wytrawiacza, który wymagałby splukiwania. Za przygotowanie zębiny odpowiadają zawarte w materiale kwaśne monomery, które po kontakcie z wodą uwalniają grupę kwasu fosforowego (w zależności od materiału pH kształtuje się od poniżej 0,5 do powyżej 2,0), powodując demineralizację zębiny. W wyniku wytrawienia z hydroksyapatytu są uwalniane jony wapnia. Demineralizacja zębiny i wytworzenie się warstwy hybrydowej (o grubości 1,7–4,5 µm) zapewnia uzyskanie połączenia z twardymi tkankami zęba [1–3]. Drugi system zastosowany w badaniu własnym to Prime&Bond NT® (PBNT). W skład systemu wchodzi: żywica PENTA, UDMA, nanofilery o średnim wymiarze 7 nm [4]. Mikrohybrydowy materiał złożony Esthet X® EX składa się z żywicy Bis-GMA modyfikowanej uretanem z wypełniaczami oraz mieszaniny nieorganicznego szkła barowo-glinowo-fluoro-boro-krzemowego z krzemionką o dużym stopniu dyspersyjności. Częsteczki wypełniacza mają średnicę wielkości 0,6–0,8 µm. Zawartość

cząsteczek wypełniacza w materiale wynosi 60% objętościowo i 77% wagowo [5].

Pomiar sił wiązania jest jednym z czynników pozwalających ocenić adhezję materiałów wypełniających do tkanek zęba. Dają one wyobrażenie o przewidywalnej sile wiązania, jaka będzie w środowisku jamy ustnej.

Celem badania było porównanie wytrzymałości wiązania na ścinanie między zębina pokrytą systemem łączącym: Prompt L Pop lub Prime&Bond NT i materiałem złożonym Esthet X.

Materiał i metody

Materiał badawczy stanowiły zęby przedtrzonowe bez klinicznych oznak próchnicy, usunięte ze wskazań ortodontycznych. Do czasu wykonania badań laboratoryjnych zęby przechowywano zgodnie z wytycznymi ISO [6]. Zęby przechowywano od 1–6 m w wodzie destylowanej z dodatkami tymolu o stałej temperaturze 37°C. Z powierzchni policzkowej i językowej wycinano próbki zębiny o kształcie walca i wymiarach (wysokość, średnia 6 × mm), po 5 próbek dla każdego ocenianego systemu wiążącego. Próbki zębinowe umieszczano w matrycach teflonowych. Powierzchnię próbek opracowywano kolejno papierem ściernym na bazie węgla krzemowego, o wzrastającej grubości ziarna (320–600) i oczyszczano wodną zawiesiną pumeksu. Na przygotowane próbki nakładano systemy wiążące i materiał wypełniający zgodnie z zaleceniami producenta. W przypadku systemu Prompt L Pop наносzono go na całą powierzchnię próbki, wcierano przez 15 s, przedmuchiwało, aby uzyskać równomierną lekko błyszczącą powłokę, naświetlano przez 10 s. W przypadku systemu Prime&Bond NT wymagał on przygotowania zębiny roztworem NRC (Non Rinse Conditioner), który pozostawiano na 20 s, nie splukiwano, lekko rozprowadzono powietrzem oraz наносzono Prime&Bond NT na 30 s. Strumieniem powietrza usuwano nadmiar materiału, utwardzano światłem lampy polimeryzacyjnej przez 20 s i wypełniano materiałem Esthet X (tab. 1). Uformowane próbki do czasu wykonania badań przechowywano w wodzie destylowanej o stałej temperaturze

Tabela 1. Zestawienie materiału użytego w badaniach

Table 1. Material assessed in present study

System wiążący (Bonding system)	Kod (Code)	Producent (Company)	Materiał wypełniający (Filing material)	Kod (Code)	Producent (Company)
Prompt L-Pop	PL-P	3M ESPE	Esthet X	EX	Dentsply De Trey
Prime&Bond NT	PB NT	Dentsply De Trey			

Tabela 2. Średnia wytrzymałość wiązań na ścinanie zębiny pokrytej systemami wiążącymi, wyrażona w MPa**Table 2.** Mean shear bond strength of filing material to dentine coated with examined bonding systems (MPa)

System wiążący (Bonding system)	Średnia wartość siły wiązania na ścinanie w MPa (Mean shear bond strength)	SD (Statistical deviation)	Materiał wypełniający (Filing material)
PL-P	17,35	1,53	EX
PB NT	20,00	1,92	

37°C przez 24 godz. Po upływie 24 godz. wykonywano testy laboratoryjne.

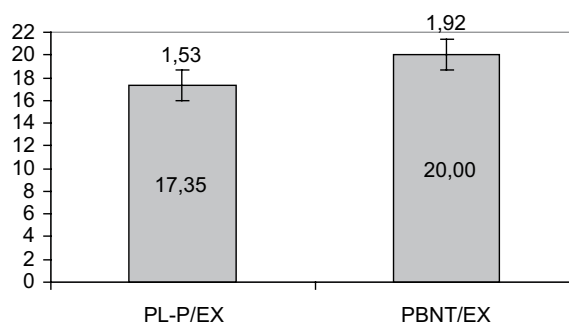
Test wytrzymałości wiązania na ścinanie przeprowadzono za pomocą maszyny testującej INSTRON, z szybkością przemieszczania głowicy tnącej 0,5 mm/min. Notowano maksymalne obciążenia, przy których materiał odpadał od próbek, wyniki wyrażano w MPa. W analizie statystycznej zastosowano test Manna-Whitneya. Przyjęto poziom istotności $p \leq 0,05$.

Wyniki

Uzyskane w badaniach laboratoryjnych wyniki dotyczące wytrzymałości wiązań na ścinanie przedstawiono w tabeli 2 i na rycinie 1. Średnia wartość wytrzymałości wiązań na ścinanie połączeń systemu wiążącego PL-P i EX z zębina wynosiła 17,35 MPa przy standardowym odchyleniu 1,53; dla systemu wiążącego PBNT/EX 20,00 MPa przy standardowym odchyleniu 1,92. Odnotowano większą średnią siłę wiązania na ścinanie z systemem PBNT/EX w porównaniu ze średnią siłą PL-P/EX. Analiza statystyczna nie wykazała znamiennych istotności między ocenianymi systemami.

Omówienie

Pomiar sił wiązania jest jednym z parametrów pozwalających ocenić adhezję materiałów wypełniających do tkanek zęba, choć często daje sprzeczne wyniki. Przyczyniają się do tego różnice w posługiwaniu się materiałami i sposób ich testowania. Dlatego często jest niemożliwe bezpośrednie porównanie wyników podawanych przez różnych autorów. Stosowanie różnych metod, lub nawet niewielkie modyfikacje tej samej metody, daje 2–4-krotną różnicę w wartościach wytrzymałości wiązań dla tego samego produktu [7, 8]. Powszechnie stosowanymi testami laboratoryjnymi są badania wytrzymałości na ścinanie (*shear bond strength*) i na rozciąganie (*tensile bond strength*) [9, 10]. Istnieje wiele czynników, które w znacznym stopniu mogą wpływać na uzyskaną siłę wiązania



Ryc. 1. Średnia wytrzymałość sił wiązania na ścinanie zębiny pokrytej systemami wiążącymi wyrażona w MPa i odchylenie standardowe (SD)

Fig. 1. Mean shear bond strength of filing material to dentine coated with examined bonding systems (MPa)

zębinowego. Najważniejsze z nich to zastosowana metoda testu oraz zróżnicowana jakość substratu (zęby ludzkie, zwierzęce, rodzaj tkanki: szkliwo, zębina). Zróżnicowanie morfologiczne zębiny nawet w obrębie tego samego zęba może być powodem zmniejszenia lub zwiększenia siły wiązania [11]. Na wyniki badania ma wpływ różnica w budowie morfologicznej tkanki zależna od odległości badanego obszaru zębiny od miazgi zęba. Suzuki i Finger [12] testowali 3 różne materiały wypełnieniowe z zębina i wykazali, że siła wiązania z głębiej położoną zębina zmniejszyła się o 30–40% w porównaniu z siłą wiązania z tkanką położoną powierzchownie. Warunki przygotowania próbek zębinowych poddawanych testom są kontrowersyjne. Wątpliwości dotyczą również czasu, który upłynął od usunięcia zębów do wykonania badań nad siłą wiązania materiałów do wypełnień ubytków z zębina, ponieważ po ekstrakcji dochodzi do nieodwracalnych zmian w tkankach. Wydaje się, że są również ważne warunki, w jakich są przechowywane usunięte zęby. Z wyjątkiem dwóch autorów, Kimury et al. [13] oraz Jørgense-na et al. [14], inni badacze są zgodni co do tego, że w zasadzie wszystkie zalecane środki (według norm ISO CDTR 11405) [15] mogą służyć do przechowywania usuniętych zębów i nie mają większego wpływu na wielkość siły wiązania, z wyjątkiem inkubacji zębów w roztworze formaliny, po której

następuje zwiększenie siły wiązania. Ważniejszym czynnikiem niż roztwór, w którym są umieszczane zęby, jest czas, który upłynął od przygotowania próbek i umieszczenia ich w kąpeli wodnej do chwili testowania próbek. Próbkę pozostającą w kąpeli wodnej przez 24 godz. w temperaturze 37°C wykazują słabszą siłę wiązania niż próbki umieszczane w wodzie przez 7 dni.

W badaniu własnym autorów uzyskane wyniki różnią się od wyników uzyskanych przez Garcia-Goday [16], który oceniał 7 systemów wiązania zębinowego: Prompt, Single Bond®, Excite®, Prime&Bond NT, Easy Bond®, Gluma One Bond®, One Coat Bond®. Dla systemu Prompt i Prime&Bond NT uzyskał odpowiednio 29,3 MPa i 26,7 MPa. Siły wiązania pozostałych systemów wynosiły od 22,5 do 28,5 MPa. Autor nie znalazł znaczących statystycznie istotnych różnic między ocenianymi systemami, choć siła wiązania różniła się statystycznie istotnie między systemami Prompt, Single Bond, Excite i Prime&Bond w porównaniu z siłą wiązania uzyskaną dla systemów Easy Bond, Gluma, One Bond i One Coat Bond. W badaniu oceniającym systemy wiążące „wszystko w jednym”, to jest Prompt L-Pop i Prime&Bond NT, Issa i Watts [17] uzyskali wyniki zbliżone do obserwacji własnych autorów: dla systemu Prompt L Pop wytrzymałość na ścinanie wynosiła 17,9 MPa dla systemu Prime&Bond NT 15,7 MPa. Znacznie niższe wyniki natomiast uzyskali Peutzfeldt i Richter [18] dla systemu Prompt L Pop ($Z_{100} = 11,8 \pm 3,7$ MPa) i dla systemu Single Bond ($Z_{100} = 12,1 \pm 2,9$ MPa).

Badanie Friedla et al. [19], w którym porównywano jednoetapowy uniwersalny system wiążący Prompt L Pop z trzema innymi systemami wiążącymi: Prime&Bond NT, Scotchbond 1® i EBS Multi® z trzema materiałami polecanymi przez producentów, wykazało, że siła wiązania na ścinanie zębiny pokrytej systemem wiążącym Prompt L Pop osiągnęła taką samą wartość jak trzy porównywane systemy. Największą siłę wiązania uzyskano z systemem adhezyjnym IV generacji EBSMulti/Reference równą 27,3 MPa, czyli połączenia fabrycznie dołączonego systemu wiązania z materiałem wypełniającym tej samej firmy.

W badaniach Thomsen i Peutzfeldt [20] oceniano siłę wiązania z zębina różnych systemów łączących w odniesieniu do rodzaju stosowanego materiału złożonego. Siła wiązania żywicy Prompt L Pop wynosiła od 15 (z materiałem Tetric Ceram®) do 21 MPa (z materiałem Clearfil AP-X®). Badanie to potwierdziło tezę, iż rodzaj stosowanego materiału złożonego ma istotny wpływ na siłę wiązania z tkankami zęba.

Wyniki obecnego badania wskazują, iż badane systemy łączące należące do V i VI generacji powodowały wytworzenie sił wiązania materiałów wypełniających z zębina porównywalnych do sił opisanych w piśmiennictwie dla żywic IV, V i VI generacji.

W warunkach obecnego badania systemy łączące Prompt L Pop oraz Prime&Bond NT charakteryzują się zbliżoną skutecznością tworzenia połączenia materiału złożonego z zębina.

Piśmiennictwo

- [1] KNOBLOCH L.A., GAILEY D., AZER S., JOHNSTON W.M., CLELLAND N., KERBY R.E.: Bond strenght of one- and two-step self-etch adhesive system. *J. Prosthet. Dent.* 2007, 97, 216–222.
- [2] MANHART J., HICKEL R.: Estetyczne wypełnienia z kompomerów w zębach przedtrzonowych i trzonowych z zastosowaniem nowego jednoskładnikowego systemu adhezyjnego. *Opis przypadku. Stomat. Współ.* 2000, 6, supl. 2, 31–41.
- [3] WANG Y., SPENCER P.: Continuing etching of all-in-one adhesive in wet dentin tubules. *J. Dent. Res.* 2005, 84, 350–354.
- [4] CAL-NETO J.O., DE MIRANDA M.S., DIES K.R.H.C.: Comparative SEM evaluation of penetration of adhesive systems in human dentin with a non-rinse conditioner and self-etching primer. *Braz. Dent. J.* 2004, 15, 19–25.
- [5] CORRER A.B., SINHORETI M.A.C., CORRER-SOBRINHO L., TANGO R.N., CONSANI S., SCHNEIDER L.F.J.: Effects of exposure time vs. irradiance on knoop hardness of dental composites. *Mater. Res.* 2006, 9, 275–280.
- [6] ISO/TC 106 Subcommittee. 1 CDRT 1105 Guidance of testing of adhesion to tooth structure. International Organization for Standarization, Geneva.
- [7] FOWLER G.S.: Influence of selected variables on adhesion testing. *Dent. Mater.* 1992, 8, 265–269.
- [8] Council on Dental Materials, Instruments and Equipments Dental Bonding System: an update. *J. Am. Dent. Assoc.* 1987, 114, 91–96.
- [9] PASHLEY D.H., CARVALHO R.M., SANO H.: The microtensile bond test: A review. *J. Adhes. Dent.* 1999, 1, 299–309.
- [10] SUDSANQIAM S., VAN NOORT R.: Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J. Adhes. Dent.* 1999, 1, 57–67.
- [11] PROENCA J.P., POLIDO M., OSORIO E., ERHARD M.C.G., AGUILERA F.S., GARCIA-GODOY F., OSORIO R., TOLEDANO M.: Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems. *Dent. Mater.* 2007, 23, 1542–1548.
- [12] SUZUKI T., FINGER W.J.: Dentin adhesives: site of dentin VS, bonding of composite resin. *Dent. Mater.* 1988, 4, 379–383.
- [13] KIMURA S., SHIMIZU T., FUJI B.: Influence of dentin on bonding of composite resin. Part I – Effect of fresh dentin and storage conditions. *Dent. Mater. J.* 1985, 4, 6–8.

- [14] JÖRGENSEN K.D., ITOH K., MUNKSGARD E.C., ASMUSSEN E.: Composite wall to wall polymerization contraction in dentin cavities treated with various bonding agents. *Scand. J. Dent. Res.* 1985, 93, 276–279.
- [15] ISO CDTR 11405.
- [16] GARCIA-GODAY F.: Bond strength of Prompt to enamel and dentin. *Contem. Esthet. Restor. Pract.* 2000, 4, supl. 1, 11–12.
- [17] ISSA M.H., WATTS D.C.: Shear strength of a compomer/composite adhesive to enamel/dentine. *Expertise Scientific IADR* 2000, 9, abs. 421.
- [18] PEUTZFELDT T., RICHTER R.: Shear bond strength of self and total-etching adhesives. *Expertise Scientific IADR* 2000, 15, abs. 1848.
- [19] FRIEDL K.H., OBERLÄNDER H., SCHMALZ G., HILLER K.A.: Bond strength of composite resin using a new one-step adhesive system. *Expertise Scientific IADR* 2000, 18, abs. 3633.
- [20] THOMSEN K.B., PEUTZFELD A.: Resin composites: strength of the bond to dentin versus mechanical properties. *Clin. Oral Invest.* 2007, 11, 45–49.

Adres do korespondencji:

Elżbieta Jodkowska
Zakład Stomatologii Zachowawczej IS WUM
ul. Miodowa 18
00-246 Warszawa
e-mail: elzbieta.jodkowska@wum.edu.pl

Praca wpłynęła do Redakcji: 1.07.2010 r.
Po recenzji: 7.09.2010 r.
Zaakceptowano do druku: 7.10.2010 r.

Received: 1.07.2010
Revised: 7.09.2010
Accepted: 7.10.2010