

# Zvyšují self-etching adheziva spolehlivost dentinového bondingu? In-vitro studie

Bradna P., Dudek M., Roubíčková A., Mikšovský M., Vrbová R., Houšová D.

Výzkumný ústav stomatologický 1. LF UK a VFN, Praha

## Souhrn

Na souboru devíti total-etch a self-etching adhezivních systémů zahrnujících OptiBond FL, Gluma Comfort Bond, Prime & Bond NT, AdheSE, Adper Prompt, Adper Prompt L-Pop, Clearfil SE Bond, Xeno III a iBond byla testována pevnost vazby ve smyku na dentinu a fraktografie lomových ploch řádkovací elektronovou mikroskopií. Adheziva byla hodnocena podle kritické pevnosti vazby, při které dojde k lomu 10 % vzorků. Ve shodě s výsledky fraktografické analýzy byly nalezeny významné rozdíly jak mezi skupinami total a self-etching adheziv, tak mezi adhezivy v těchto skupinách. Nejvyšší spolehlivost a převážně smíšené energeticky náročné lomy, zasahující do dentinu, byly nalezeny u skupiny klasických 3 a 2krokových total-etch systémů OptiBond FL a Gluma Comfort Bond, ale i u self-etching systémů AdheSE a Clearfil SE Bond. U těchto systémů lze s vysokou pravděpodobností očekávat vysokou pevnost vazby a reprodukovatelné chování. U skupiny Adper Prompt, iBond a Xeno III s kohezním lomem adheziva, či smíšenými lomy byla spolehlivost nižší. Pro dosažení dobré adheze je při jejich aplikaci nutné pečlivě dodržovat pracovní postup. Na druhou stranu adheziva Prime & Bond NT a zejména Adper Prompt L-Pop v blistrech s adhezivním porušením na rozhraní dentinu a adheziva vynikaly nízkou pevností vazby a nízkou spolehlivostí. U self-etching adheziv může jejich vlastnosti velmi negativně ovlivnit i stárnutí během skladování, zejména při nedodržení doporučených podmínek skladování.

**Klíčová slova:** dentin - adheziva - pevnost vazby - spolehlivost

## Bradna P., Dudek M., Roubíčková A., Mikšovský M., Vrbová R., Houšová D.: Do Self-Etching Adhesive Systems Improve Reliability of Dentin Bonding? In Vitro Study

**Summary:** A shear bond strength and fractography analysis was used to evaluate reliability of nine total- and self-etching adhesives OptiBond FL, Gluma Comfort Bond, Prime&Bond NT, AdheSE, Adper Prompt, Adper Prompt L-Pop, Clearfil SE Bond, Xeno III and iBond. A critical bond strength at which 10 % samples failed was used as a measure of the adhesive reliability. Significant differences in reliability and also in mode of their fracture were found between total- and self-etching systems and also in adhesives in these groups. The highest reliability and mixed mode of fracture were found with group of classical total-etch 3- and 2-step adhesives OptiBond FL a Gluma Comfort Bond and also with 2-step self-etching AdheSE and Clearfil SE Bond. With these adhesives both high bond strength and highly predictable properties can be expected. Compromised reliability as manifested in decreased bond strength and predominantly less energetically demanding cohesive fractures of the adhesive layer or less frequently mixed fractures occurred for Adper Prompt, iBond a Xeno III. On the other hand, Prime & Bond NT and especially Adper Prompt L-Pop in blisters were characterized as systems with a low reliability. Adhesive properties of self-etching systems might decrease as a result of aging processes during their shelf-life.

**Key words:** dentin - adhesives - bond strength - reliability

Čes. Stomat., roč. 108, 2008, č. 5, s. 109–116.

## ÚVOD

I přes neustálý vývoj kompozitních materiálů zůstává jejich slabým místem polymerační kontrakce a omezená schopnost vytvářet pevnou a dlouhodobě stabilní vazbu se sklovinou a zejména s dentinem. Po přelomovém objevu leptání skloviny, jako předpokladu vazby akrylátových monomerů ke sklovině, se ukázalo, že dosažení hermetického spoje mezi hydrofilním dentinem a hydrofobními kompozity je komplikovanější.

Mnohaletý výzkum v této oblasti ukázal, že postup vytvoření vazby k dentinu musí obecně zahrnovat tři kroky: demineralizaci preparovaného dentinu leptáním kyselinou fosforečnou či jejími deriváty, priming monomery smáčeujícími hydrofilní i hydrofobní povrchy a poté vlastní bonding hydrofobními pryskyřicemi. Složitost tohoto postupu, časová náročnost, citlivost k vlhkosti a řadě dalších, ne vždy snadno kontrolovatelných faktorů, vedla ke snaze o urychlení a zjednodušení celého postupu. V případě total-etch (TE) techniky, kdy

je z povrchu dentinu odstraněna nesoudržná vrstva preparační drtě (smear layer) a demineralizován podpovrchový intaktní dentin leptáním 35-37% kyselinou fosforečnou, byl pracovní postup zjednodušen spojením primingu a bondingu do jednoho kroku. Ukázalo se však, že v důsledku kolapsu odhalených kolagenních vláken při sušení leptaného dentinu nemusí docházet k jejich dokonalé impregnaci [28, 20]. Problém nedokonale chráněných kolagenních vláken, která jsou místem prvotní degradace adhezivního spoje, nebyl uspokojivě vyřešen ani bondováním na vlhký povrch dentinu adhezivy s rozpouštědly acetonového typu umožňující odpaření vody [24]. Snaha o překonání těchto nedostatků byla jednou z hlavních myšlenek vývoje self-etching (SE) adheziv, u nichž je leptání spojeno s primingem do jednoho kroku. Toho je dosaženo použitím aduktů akrylátových monomerů a kyseliny fosforečné nebo použitím organických kyselin s polymerizovatelnou dvojnou vazbou. Aplikace těchto systémů teoreticky zaručuje, že hloubka demineralizace dentinu odpovídá i hloubce průniku akrylátových monomerů, což by mělo zajistit dokonalou impregnaci demineralizovaného dentinu monomery. Výhodou těchto systémů je nejenom odstranění rizika kolapsu kolagenních vláken, nižší pooperační citlivost, ale i menší citlivost těchto systémů k dodržení pracovního postupu [18]. SE adheziva však nejsou také bez problémů. Bylo zjištěno, že ani u těchto systémů není dokonale zabráněno průniku vody podél rozhraní hybridní vrstvy a dentinu [21]. Menší kyselost SE primerů a náchylnost k hydrolyze může snižovat hloubku demineralizace smear layer a intaktního podpovrchového dentinu a zhoršovat jeho impregnaci složkami adheziv [3, 25]. V důsledku hydrolyzy kyselých primerů na bázi esterů kyseliny fosforečné a hydrolyzy dimetakrylátů v kyselém prostředí [17] může dojít ke změně vlastností těchto adheziv v průběhu skladování, a tím k podstatnému poklesu jejich adheze k zubním tkáním [16]. Rovněž vysoký obsah vody v těchto systémech, nezbytný pro disociaci kyselých skupin, může vést k nižší konverzi monomerů v hybridní vrstvě [31] a negativně ovlivňovat pevnost vazby.

Při hodnocení adhezivních systémů mají nejvyšší vypovídací schopnost dlouhodobé klinické zkoušky realizované na dostatečně obsáhlých souborech pacientů za definovaných podmínek a všeobecně přijatých kritérií, provedených na nezávislých pracovištích [1]. Z důvodů velké časové a legislativní náročnosti zkoušek na lidských subjektech bývají jejich výsledky často k dispozici až po ukončení aktivního používání adheziv. Proto je nutné většinu předklinických, ale i následných zkoušek provádět in vitro. Jednou ze screeningových metod charakterizace účinnosti adhezivních systémů je měření pevnosti spoje mezi zubní tká-

ní a kompozitními materiály. Zkouška se provádí v tahu nebo smyku, přičemž měřenou veličinou je síla potřebná k odtržení výplňového materiálu od dentinu či skloviny. Výsledky těchto zkoušek jsou však závislé na jejich uspořádání [22, 29, 30], velikosti styčné plochy [19], struktuře dentinu [13], typu preparačních nástrojů [5], zkušenostech pracovníka [10, 23] a řadě dalších parametrů. Pevnost vazby je nejčastěji charakterizována aritmetickým průměrem, doplněným o směrodatnou odchylku, která dosahuje 30, ale i 100% průměru. Příčinou takto vysoké variability může být citlivost adhezivní vazby k proměnlivé struktuře dentinu či odchylkám od optimálního pracovního postupu. Vysoký rozptyl naměřených hodnot pevnosti vazby a jejich závislost na konkrétním experimentálním uspořádání je častou příčinou neschopnosti těchto zkoušek spolehlivě předpovídat klinickou účinnost adheziv [7].

Aritmetický průměr příkládá stejný význam nízkým i vysokým hodnotám pevnosti vazby. Při hodnocení vlastností adheziv mají ale větší význam nízké hodnoty, které představují zvýšené riziko selhání adheziva. Kvalita adheziv by proto měla být posuzována z hlediska pravděpodobnosti, že s daným systémem bude dosaženo takové vazby k tvrdým zubním tkáním, jež bude dostatečná ke kompenzaci polymerační kontrakce kompozitních materiálů a mechanických zatížení vyvolaných žvýkacími silami v oblasti adhezivního spoje. Jelikož pevnost vazby nemá normální Gaussovo rozdělení, doporučuje se aproximovat rozložení naměřených dat dvouparametrovou Weibullovou distribuční funkcí [11]. Pravděpodobnost  $P_f$ , že při napětí  $\sigma$  dojde k porušení vazby, je Weibullovou funkcí definována vztahem:

$$P_f = 1 - \exp [-(\sigma/\sigma_0)^m],$$

kde charakteristická pevnost  $\sigma_0$  je mírou pevnosti materiálu, Weibullův modul  $m$  odráží variabilitu pevnosti vazby, a tudíž distribuci defektů ve vzorku [15]. Vysoké hodnoty  $m$  indikují úzkou distribuci defektů, a tedy pevnosti vazby, a rovněž lépe předvídatelné chování adhezivního spoje. Na druhou stranu nízké hodnoty  $m$  jsou typické pro širokou distribuci defektů vysokou variabilitu pevnosti vazby. Znalost parametrů Weibullové distribuce dat umožňuje výpočet pravděpodobnosti porušení adhezivní vazby pro libovolnou úroveň působícího napětí, anebo řešit opačnou úlohu: pro předem zvolenou a akceptovatelnou frekvenci porušení, například 10 % vzorků, vypočítat napětí při porušení a toto napětí použít pro charakterizaci spolehlivosti adheziv [2, 8]. Toto napětí lze interpretovat i tak, že v 10 % případů bude pevnost vazby menší, nebo naopak v 90 % případů vyšší než zmíněná hodnota kritického napětí. Je zřejmé, že čím nižší je toto kritické napětí, tím menší je spolehlivost daného adheziva.

Cílem této práce bylo změřit pevnost vazby

**Tab. 1.** Adhezivní systémy a pracovní postupy.

Adhezivní systém (výrobce)	Komponenty	Pracovní postup*
OptiBond FL/Kerr Gel Etchant (Kerr, USA)	Výrobce neuvádí/gel 37 % kyseliny fosforečné	a (15s), b (15s-30s), c, d (15s), g (5s), f, h (30s), i, h (40s)
Gluma Comfort Bond/Gluma Etch 20 Gel (Heraeus Kulzer, Německo)	metakryláty, etanol, fotoiniciátory/gel 20 % kyseliny ortofosforečné	a (20s), b, c (1s-2s), 3x f (15s), g (3s-15s), h (20s), i, h (40s)
Prime&Bond NT/Conditioner 36 (Dentsply-DeTrey, Německo)	di- a trimetakrylátové pryskyřice, oxid křemičitý, PENTA*, fotoiniciátory, stabilizátory, aceton/36 % fosforečné kyseliny	a (≤ 15s), b (≥ 15s), c, f (20s), g (5s), h (≥ 10s), i, h (40s)
AdheSE (Ivoclar-Vivadent, Lichtenstein)	AdheSE Primer: dimetakrylát, iniciátory a stabilizátory, voda AdheSE Bond: HEMA*, dimetakrylát, oxid křemičitý, iniciátory, stabilizátory	d (30s), g, e, g, h (10s), i, h (40s)
Adper Prompt L-Pop (3M-Espe, Německo)	Červený blistr: metakrylátový ester kyseliny fosforečné, Bis-GMA*, iniciátory, stabilizátory Žlutý blistr: voda, HEMA*, polyalkenoátová kyselina, stabilizátory	f (15s), g, h (10s), i, h (40s)
Adper Prompt (3M-Espe, Německo)	Liquid 1: metakrylátový ester kyseliny fosforečné, Bis-GMA*, iniciátory, stabilizátory Liquid 2: voda, HEMA*, polyalkenoátová kyselina, stabilizátory	
Clearfil SE Bond (Kuraray, Japonsko)	Primer: 10-MDP*, HEMA*, hydrofilní dimetakrylát, dl-kafrechinon, N,N-dietanol-p-toluidin, voda Bond: 10-MDP*, Bis-GMA*, HEMA*, hydrofobní dimetakrylát, dl-kafrechinon, N,N-dietanol-p-toluidin	d (20s), g, e, g, h (10s), i, h (40s)
Xeno III (Dentsply DeTrey, Německo)	Kapalina A: HEMA*, voda, etanol, BHT*, oxid křemičitý Kapalina B: Pyro-EMA*, PEM-F*, UDMA*, BHT*, kafrechinon, 4-dimetylaminoetyl benzoát	f (kap.A+kap.B=1:1, ≥ 20s), g (≥ 2s), h (10s), i, h (40s)
iBond (Heraeus Kulzer, Německo)	aceton, voda, metakrylátové pryskyřice, glutaraldehyd	2 x f (30s), g, h (20s), i, h (40s)
Opticor New	Bis-GMA*, TEGDMA*, UDMA*, barnaté sklo s fluoridovými ionty, oxid křemičitý, iniciátory, stabilizátory, pigmenty	i, h (40s)

a = leptání, b = oplachování, c = sušení, d = aplikace primeru, e = aplikace bondu, f = aplikace adheziva, g = ofouknutí, h = světlá polymerace, i = aplikace výplňového materiálu

\*PENTA = dipentaerytritolpentaakrylátmonofosfát, HEMA = 2-hydroxyethylmetakrylát, Bis-GMA = bisfenol A diglycidylmetakrylát, MDP = 10-metakryloyloxydecyldihydrogenfosfát, BHT = 2,6-di-tert-butyl-p-hydroxy toluen, Pyro-EMA = tetrametacryloylpyrofosfát, PEM-F = pentametakryloylcyklo-fosfazenmonofluorid, TEGDMA = trietylenglykoldimetakrylát, UDMA = uretandimetakrylát.

několika typických self-etching adhezivních systémů na dentinu, porovnat ji s vybranými a klinicky osvědčenými total-etch systémy a pokusit se o odhad jejich spolehlivosti pomocí Weibullovovy analýzy. Nulová hypotéza předpokládala, že spolehlivost self-etching adheziv je v důsledku menšího počtu pracovních kroků vyšší, než v případě total-etch adhezivních systémů. Druhá nulová hypotéza předpokládala, že spolehlivost self-etching systémů nezáleží na době skladování.

## MATERIÁL A METODIKA

Použité materiály, aplikované dle návodu výrobce, zahrnovaly adheziva různých typů a různých pracovních postupů (tab. 1). Klasické TE systémy a odpovídající leptací gely byly zastoupeny 3krokovým adhezivním systémem Optibond FL/Kerr Gel Etchant (4. generace), 2krokovými systémy Gluma Comfort Bond/Gluma Etch Gel 20 s rozpouštědlem na bázi etanolu a Prime & Bond NT/Conditioner 36 (5. generace), obsahujícím jako rozpouštědlo

aceton. SE adheziva byla reprezentována 2krokovými adhezivy AdheSE a Clearfil SE Bond, 1krokovými Adper Prompt L-Pop a Xeno III (6. generace) a all-in-one adhezivem iBond (7. generace). Pro zkoušky stárnutí adheziv v průběhu jejich skladování byla u adheziva AdheSE použita jedna výrobní šarže na začátku a druhá na konci doby použitelnosti. V případě adheziva Adper byly testovány systémy distribuované jak v lahvičkách (Adper Prompt), tak v blistrech (Adper Prompt L-Pop). Všechna adheziva byla kombinována s mikrohybridním kompozitem Opticor New, který obsahuje směs BIS-GMA, TEGDMA a barium křemičité plnivo o průměrné velikosti částic 0,7 mm.

#### **Příprava vzorků:**

Zkoušky adheze byly realizovány pro každý adhezivní systém na souborech minimálně 20-24 lidských intaktních molárů a premolárů, dle metodiky ISO/TS 11405:2003(E). Po extrakci a odstranění měkkých tkání byly zuby skladovány nejprve v roztoku 0,5% chloraminu T po dobu jednoho týdne a poté v destilované vodě. Zuby byly používány nejdéle do 6 měsíců od jejich extrakce. Po odstranění kořenů a po fixaci zubu v nerezovém kroužku pomocí pryskyřice Spofacryl (Spofa-Dental a.s.), byla odstraněna vrstva skloviny orální či bukalně pomaluběžnou pilou (Isomet Buehler, USA) s pracovní částí řezného kotouče pokrytou diamantovým brusivem za chlazení vodou. Povrch dentinu byl zabroušen pod vodou SiC brusným papírem P 1200. Následně byly dle návodu výrobce aplikovány adhezivní systémy (tab. 1). Adheziva Adper Prompt a Xeno III byla pro každý vzorek čerstvě namíchána, u Adper Prompt L-Pop byl použit vždy nový blister. Pro dosažení lesklého povrchu dentinu, což je požadováno v návodu k tomuto adhezivu, bylo nutné jej v několika případech aplikovat ve více vrstvách, případně použít 2-3 blistry. Kompozitní nástavba na povrchu dentinu byla vytvořena pomocí kruhové polyetylenové formičky vnitřního průměru 3,5 mm a výšky 2 mm, polymerovaná v jedné vrstvě po dobu 40 sekund. Pro polymeraci byla použita halogenová lampa Elipar Trilight (3M ESPE) o výkonu 850 mW/cm<sup>2</sup>, jejíž světelný výkon byl pravidelně kontrolován ověřeným testem.

#### **Měření pevnosti vazby:**

Pevnost vazby ve smyku byla měřena po 24 hodinách expozice vzorků ve vodě o teplotě 37 °C s pomocí univerzálního zkušebního stroje Shimadzu AGS-G (Shimadzu, Japonsko) při rychlosti posunu příčnicku 0,75 mm/min. a uchycením zkušebních vzorků v přípravku BENCOR MULTI T (Danville, USA) s rovným čelem zatěžovacího trnu. Pevnost vazby ve smyku byla vypočítána ze síly při porušení (lomu) vzorku a velikosti kon-

taktní plochy mezi dentinem a kompozitem. Fraktografická analýza povrchů byla provedena pomocí stereomikroskopu Nikon SMZ 2T, vybaveného kamerou Olympus C5060 a detailně hodnocena skenovacím elektronovým mikroskopem JEOL JSM-5500 (Jeol, Tokyo, Japonsko). Pro zvýšení kontrastu byla lomová plocha pokovena zlatem. Fraktografické hodnocení lomových ploch bylo provedeno podle převládajícího charakteru lomu:

*Adhezivní lom:* lomová linie prochází mezi adhezivem a povrchem dentinu s charakteristickými stopami brusiva na lomové ploše.

*Smíšený lom:* lomová linie zahrnuje jak oblast adheziva, tak dentinu či kompozitu.

*Kohezní lom adheziva:* lomová linie prochází vrstvou adheziva většinou s viditelnými stopami jeho plastického přetvoření.

Parametry Weibullové distribuce a jejich konfidenční intervaly byly vypočítány z 20-23 naměřených dat. Statistická významnost rozdílů byla posuzována na základě porovnávání konfidenčních intervalů parametrů Weibullova rozdělení. Jestliže konfidenční intervaly obou parametrů se u různých adheziv překrývaly, byly výsledky považovány za statisticky shodné. Všechny výpočty, včetně kritického napětí  $\sigma_{0,1}$ , při kterém selže 10 % testovaných vzorků, byly provedeny pomocí statistického softwaru (STATISTICA 7.1, StatSoft Inc, Tulsa, USA).

## **VÝSLEDKY**

Parametry Weibullové distribuce spolu s jejich 95% konfidenčními intervaly, korelačními koeficienty, aritmetickými průměry a směrodatnými odchylkami shrnuje tabulka 2. Jak je patrné z vysokých hodnot korelačních koeficientů  $r > 0,920$ , byla shoda experimentálních dat a Weibullové distribuce akceptovatelná (obr. 1). Nejvyšší hodnoty kritické pevnosti v rozsahu  $\sigma_{0,1} = 17,1-14,1$  MPa byly nalezeny u 3krokového TĚ systému Optibond FL, 2krokového Gluma Comfort Bond a u SE 2-krokových systémů AdheSE 1 a Clearfil SE Bond. Velmi dobrou adhezi u těchto systémů podporovalo i vysoké procento smíšených lomů zasahujících do dentinu, které jsou typické pro energeticky náročné lomy (obr. 2). Signifikantně nižší hodnoty kritické pevnosti  $\sigma_{0,1} = 13,4-10,2$  MPa vykazovaly 1kroková SE adheziva Adper Prompt, Xeno III and iBond (tab. 2). S výjimkou Adper Prompt, u něhož byl pozorován i určitý podíl smíšených lomů zasahujících do dentinu, byly u iBond nalezeny převážně kohezní lomy adheziva (obr. 3, 4). Naproti tomu u Xeno III lomová linie procházela mezi dentinem a adhezivem, často s typickými a ojedinělými „ostrůvky“ kohezně porušeného adheziva (obr. 5, 6).



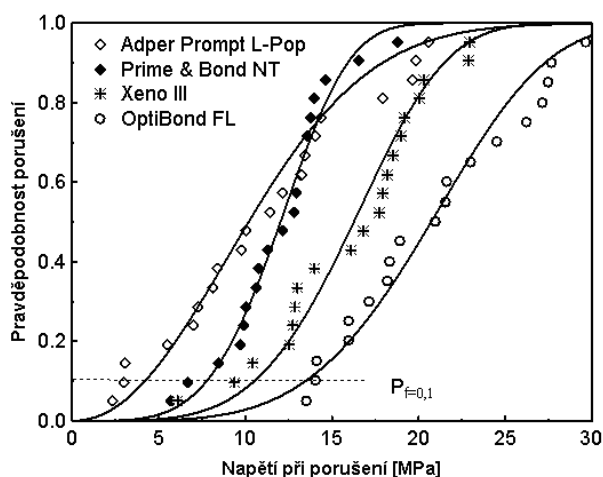
**Tab. 2.** Kritická pevnost při porušení 10 % vzorků, parametry Weibullova rozdělení a popisná statistika testovaných adhezivních systémů.

Adhezivum	$\sigma_{0,1}$ [MPa]	$\sigma_0$ [MPa]	CI [MPa]	m	CI	$r^2$	Průměr±SD [MPa]	Interval [MPa]
Gluma Comfort Bond	17,1	22,4	21,2-23,7	8,3	5,9-11,6	0,980	21,2±3,0	15,0-26,4
Clearfil SE Bond	16,8	23,9	21,9-26,0	4,9	3,8-6,5	0,904	22,1±4,4	14,7-35,0
AdheSE 1	16,1	22,8	21,2-24,4	6,5	4,6-9,1	0,871	21,2±4,0	9,8-28,0
Optibond FL	14,1	22,9	20,6-25,3	4,7	3,3-6,6	0,968	20,9±5,2	13,6-29,7
Adper Prompt	13,4	18,2	17,1-19,3	7,5	5,4-10,4	0,948	17,1±2,7	11,2-22,5
iBond	12,2	17,3	16,1-18,6	6,4	4,4-9,4	0,955	16,0±3,4	8,4-19,7
Xeno III	10,2	17,4	15,7-19,4	4,2	2,9-5,9	0,977	15,8±4,5	6,1-23,0
Prime&Bond NT	7,8	13,1	11,8-14,6	4,3	3,1-6,1	0,977	12,0±3,1	5,7-18,8
AdheSE 2	5,8	13,5	11,2-16,2	2,6	1,8-3,9	0,931	12,0±5,2	3,4-18,7
Adper Prompt L-Pop	4,8	13,2	10,8-16,2	2,2	1,6-3,2	0,946	11,7±5,7	2,3-20,6

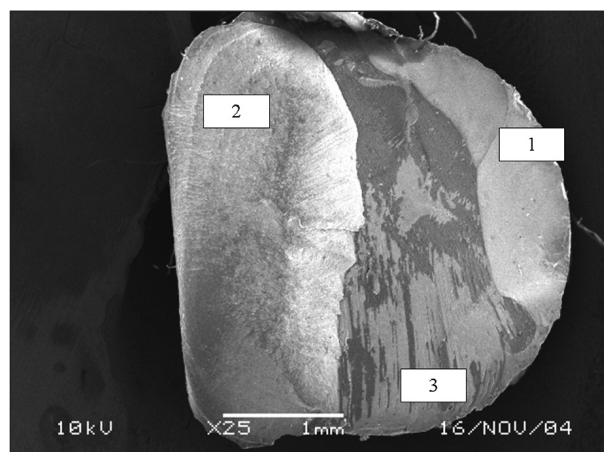
1) CI - konfidenční interval ± 95 %

Nejnižší kritická pevnost vazby  $\sigma_{0,1}=7,8-4,8$  MPa a adhezivní charakter lomů (obr. 7, 8), byl pozorován u 2krokového TE systému Prime&Bond NT,

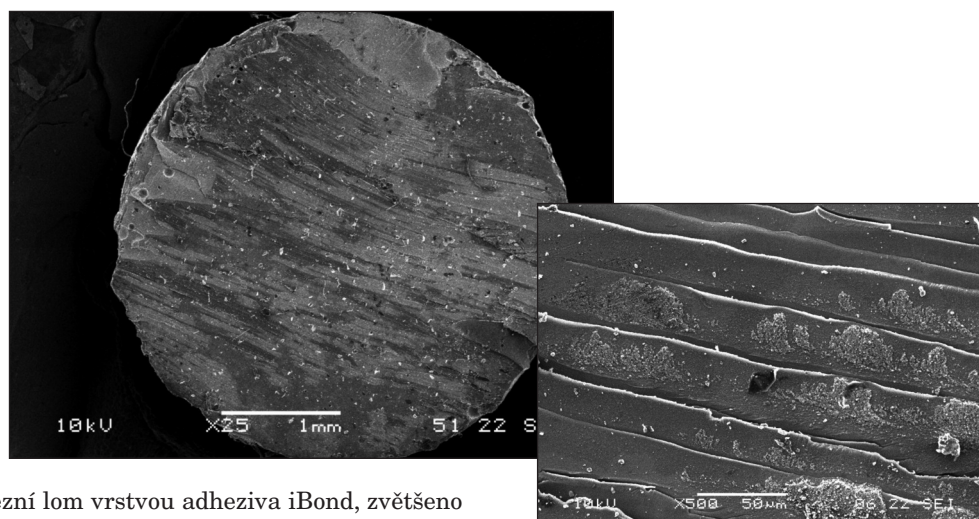
1krokového SE Adper Prompt L-Pop, a u AdheSE 2 na konci doby expirace.



**Obr. 1.** Weibullův výnost pravděpodobnosti porušení adhezivního spoje na působícím napětí pro několik typických adheziv.

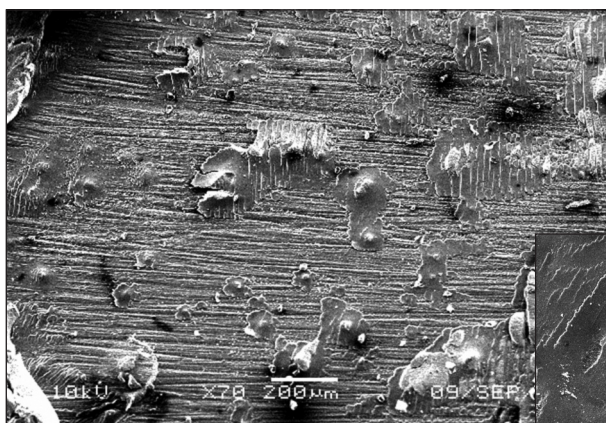


**Obr. 2.** Typický charakter smíšeného lomu zasahujícího do kompozitu (1), dentinu (2) a vrstvy adheziva či hybridní vrstvy (3). Pohled ze strany kompozitního materiálu, adhezivum Gluma Comfort Bond, zvětšeno 25x.

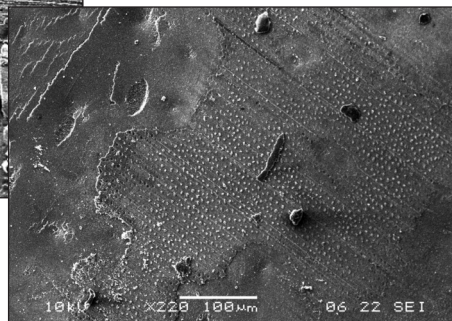


**Obr. 3.** Kohezní lom vrstvou adheziva iBond, zvětšeno 25x.

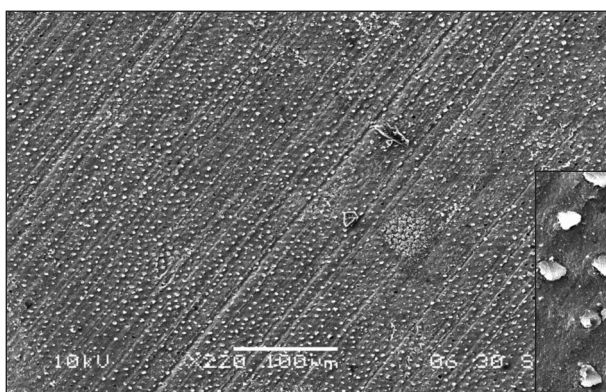
**Obr. 4.** Detail plasticky přetvořeného adheziva iBond se zbytky kompozitního materiálu na jeho povrchu, zvětšeno 500x.



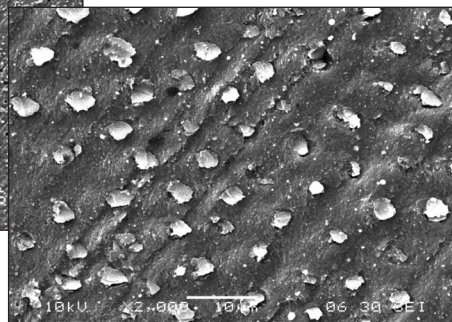
**Obr. 5.** Nepravidelné „ostrůvky“ kohezně porušeného adheziva Xeno III a typické puchýřky v adhezivu, zvětšeno 70x.



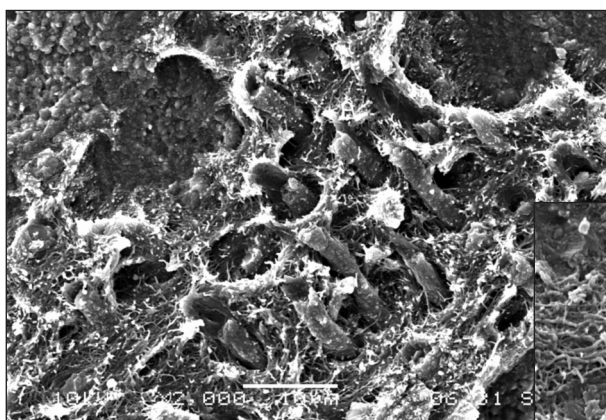
**Obr. 6.** Detail adhezního porušení na rozhraní hybridní vrstvy a dentinu u Xeno III. Patrné jsou pryskyřičné „tagy“ mírně vyčnívající nad rovinu lomu, zvětšeno 220x.



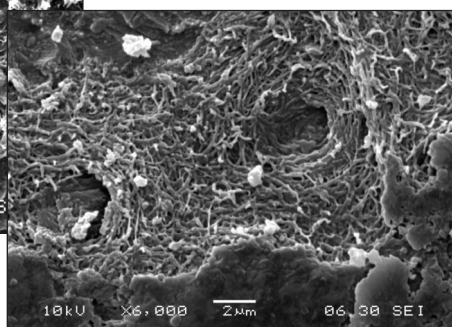
**Obr. 7.** Adhezní lom u systému Prime & Bond NT. Patrné jsou stopy po brusivu a pokrytí lomové plochy pryskyřičnými tagy zalomenými v rovině lomové plochy, zvětšeno 220x.



**Obr. 8.** Detail obrázku 7, zvětšeno 2000x



**Obr. 9.** Oblast nedokonale impregnovaného intertubulárního dentinu s viditelnými obnaženými vlákny kolagenu a zlomenými pryskyřičnými tagy. Gluma CB, zvětšeno 2000x.



**Obr. 10.** Detail obrázku 9, zvětšeno 2000x.



## DISKUSE

Při hodnocení kvality adheziv má význam především pravděpodobnost s jakou bude dosaženo takové vazby, která odolá zatížením působícím na adhezní spoj. Tento pravděpodobnostní přístup k hodnocení adheziv lze provést s použitím Weibullovovy analýzy. V předkládané studii jsme se pokusili touto metodou ověřit pracovní hypotézu, že self-etching adheziva s jednodušším pracovním postupem přinášejí větší spolehlivost dentinového bondingu oproti předchozím generacím total-etch adheziv. Podle hodnot kritické pevnosti vazby lze zkušební adhezní systémy rozdělit do tří skupin.

Skupina 1 s nejvyššími hodnotami kritického napětí  $\sigma_{0,1}=17,1-14,1$  MPa, zahrnuje klinicky úspěšný [4, 14] klasický 3krokový TE systém Optibond FL, 2krokové TE adhezivum Gluma Comfort Bond, 2kroková SE adheziva AdheSE 1 a Clearfil SE Bond (tab. 2). Vysoké hodnoty kritické pevnosti vazby byly u nich dosaženy nejenom díky vysokým hodnotám charakteristických pevností, ale kromě Optibond FL a Clearfil SE Bondu i vysokým hodnotám Weibullova modulu, který dosahoval pro Gluma Comfort Bond a AdheSE 1 hodnot  $m=8,3-6,5$ . A to i přesto, že v případě Gluma Comfort Bond byly na spodině hybridní vrstvy nalezeny ojedinělé oblasti kolagenních vláken ne zcela impregnované vazebnými monomery (obr. 9, 10). U Optibondu FL a Clearfil SE Bond naznačuje nižší Weibullův modul v intervalu 4,7-4,9 poněkud vyšší rozptyl jejich adhezních vlastností, což může odrážet větší náchylnost ke vzniku defektů a nehomogenit v adhezním spoji. Díky vysokým hodnotám charakteristické pevnosti lze však i u těchto adheziv s vysokou pravděpodobností předpokládat tvorbu spolehlivé vazby k dentinu.

Druhou skupinu tvoří SE 1krokový Adper Prompt a Xeno III a též all-in-one iBond s kritickou pevností vazby  $\sigma_{0,1}=10,2-13,4$  MPa. Zatímco jejich charakteristická pevnost byla velmi blízká  $\sigma_0=17,3-18,2$  MPa, hlavní rozdíly v chování těchto systémů se odrážely ve Weibullově modulu. V případě Xeno III dosahoval hodnoty 4,2, pro Adper Prompt a iBond dosahoval hodnot  $m=7,5$  a  $m=6,4$  (tab. 2). U této skupiny, zahrnující výhradně self-etching adheziva, může být pokles adheze způsoben například poklesem polymeračního stupně vazebných monomerů způsobený přítomností zbytkové vody [9], hydrolýzou monomerů [26] nebo mikroporozitou v adhezní vrstvě [27]. Na nižší spolehlivosti Xeno III a Adper Prompt se může podílet i vliv nepřesností v dávkování primeru a bondu při přípravě jejich směsi před aplikací. Snížená schopnost vytvářet spolehlivou vazbu k dentinu se v případě Xeno III projevovala i v morfologii lomových ploch, kde jsou patrné

nepravidelně rozmístěné „ostrůvky“ kohezně porušeného adheziva, naznačující místa s vyšší adhezí (obr. 5). Z klinického pohledu je u těchto systémů potřeba věnovat zvýšenou pozornost pečlivému dodržování pracovního postupu, případně volit větší počet nanesených vrstev [12] a pečlivě vysušit vrstvu naneseného adheziva před jeho polymerací [6].

Poslední skupina zahrnovala acetonový total-etch Prime&Bond NT aplikovaný ve dvou krocích, dále Adper Prompt L-Pop v blistrech a AdheSE 2, na konci doby expirace. U těchto adheziv byla nalezena nejnižší kritická pevnost vazby  $\sigma_{0,1}=4,8-7,8$  MPa a typické adhezní porušení mezi dentinem a vrstvou adheziva (obr. 7, 8). Jelikož u těchto systémů hodnoty charakteristické pevnosti byly prakticky shodné,  $\sigma_0=13,1-13,5$  MPa, hlavní rozdíly v jejich chování se odrážely ve Weibullově modulu. Zatímco u Prime&Bond NT nabýval Weibullův modul hodnoty 4,3 podobně jako u jiných systémů, u AdheSE 2 a Adper Prompt L-Pop dosahoval pouze 2,6 a 2,2. Takto nízké hodnoty ukazují na neschopnost těchto adheziv vytvářet spolehlivou vazbu k dentinu, a tudíž jen těžko předvídatelné chování. Za určitých podmínek mohou tyto systémy poskytovat dobrou vazbu k dentinu, za jiných pak zcela selhávat, což se projevilo lomem několika vzorků ještě během jejich přípravy k měření. Zatímco u AdheSE 2 lze hledat příčinu tohoto chování nejspíše v hydrolýze složek adhezivního systému v průběhu skladování [16], v případě Adper Prompt L-Pop může být příčina jiná. Jelikož Adper Prompt adjustovaný v lahvičkách vykazoval podstatně větší spolehlivost, lze se domnívat, že příčinou selhání tohoto systému je jeho balení v blistrech. Obtížné a zřejmě málo spolehlivé smíchání všech složek v blistru vedlo k tomu, že ne vždy bylo možné s jedním blistrem dosáhnout optimálního míšícího poměru, což se projevovalo i v obtížích při dosažení lesklého povrchu dentinu, požadovaného výrobcem.

Z porovnání jednotlivých adheziv je patrné, že total-etch systémy v 3- i 2krokovém uspořádání s rozpouštědly etanolového typu a self-etching 2kroková adheziva představují systémy s nejvyšší spolehlivostí. Tento závěr dobře odpovídá i dosud publikovaným výsledkům klinických studií [4]. Nicméně při hodnocení určitého adheziva je vždy významnější jeho konkrétní složení než fakt, zda se řadí do určité generace či skupiny adheziv. Současné tyto výsledky ukazují, že spoléhat při výběru adheziv pouze na publikovaná data aritmetických průměrů může vést k chybným závěrům. Nulové hypotézy o zvýšené spolehlivosti self-etching ve srovnání s total-etch adhezivy a o jejich stabilitě v průběhu doby expirace bylo na základě těchto výsledků nutné odmítnout.

## ZÁVĚR

Zkrácený pracovní postup a odstranění některých rizikových kroků nezvyšují spolehlivost self-etching adheziv oproti předchozím generacím total-etch systémů. Mezi systémy jak ze skupiny self-etching tak total-etch adheziv existují významné rozdíly vyplývající především z jejich odlišných složení.

Spolehlivost adheziv může být výrazně ovlivněna i jejich stářím v rámci deklarované doby použitelnosti a dodržením podmínek skladování.

## LITERATURA

1. **ADA.** Dentin and Enamel Adhesive Materials. Acceptance Program Guidelines, 2001, Council on Scientific Affairs.
2. **Bona, A. D., Anusavice, K. J. Mecholsky, J. J. Jr.:** Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. Dent. Mater., roč. 19, 2003, č. 8, s. 693-699.
3. **Carvalho, R. M., Chersoni, S., Frankenberger, R. et al.:** A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. Biomaterials, roč. 26, 2005, č. 9, s. 1035-1042.
4. **De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M. et al.:** A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. J. Dent. Res., roč. 84, 2005, č. 2, s. 118-1132.
5. **Dias, W. R., Pereira, P. N. Swift, E. J. Jr.:** Effect of bur type on microtensile bond strengths of self-etching systems to human dentin. J. Adhes. Dent., roč. 6, 2004, č. 3, s. 195-203.
6. **Hashimoto, M., Tay, F. R., Svizero, N. R. et al.:** The effects of common errors on sealing ability of total-etch adhesives. Dent. Mater., roč. 22, 2006, č. 6, s. 560-568.
7. **Heintze, S. D.:** Systematic reviews: I. The correlation between laboratory tests on marginal quality and bond strength. II: The correlation between marginal quality and clinical outcome. J. Adhes. Dent., roč. 9, 2007, č. 1, s. 77-106.
8. **ISO.** Technical Specification ISO/TS 11405: 2003(E) Dental materials – Testing of adhesion to tooth structure.
9. **Jacobsen, T. Soderholm, K. J.:** Some effects of water on dentin bonding. Dent. Mater., roč. 11, 1995, č. 2, s. 132-136.
10. **Jacobsen, T., Soderholm, K. J., Yang, M. et al.:** Effect of composition and complexity of dentin-bonding agents on operator variability—analysis of gap formation using confocal microscopy. Eur J. Oral. Sci., roč. 111, 2003, č. 6, s. 523-528.
11. **McCabe, J. F. Carrick, T. E.:** A statistical approach to the mechanical testing of dental materials. Dent. Mater., roč. 2, 1986, č. 4, s. 139-142.
12. **Pashley, E. L., Agee, K. A., Pashley, D. H. et al.:** Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. J. Dent., roč. 30, 2002, č. 2-3, s. 83-90.
13. **Perinka, L., Sano, H. Hosoda, H.:** Dentin thickness, hardness, and Ca-concentration vs bond strength of dentin adhesives. Dent. Mater., roč. 8, 1992, č. 4, s. 229-233.
14. **Peumans, M., Kanumilli, P., De Munck, J. et al.:** Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials. Dent. Mater., roč. 21, 2005, č. 9, s. 864-881.
15. **Ritter, J. E.:** Predicting lifetimes of materials and material structures. Dent. Mater., roč. 11, 1995, č. 2, s. 142-146.
16. **Sadr, A., Ghasemi, A., Shimada, Y. et al.:** Effects of storage time and temperature on the properties of two self-etching systems. J. Dent., roč. 35, 2007, č. 3, s. 218-225.
17. **Salz, U., Zimmermann, J., Zeuner, F. et al.:** Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. J. Adhes. Dent., roč. 7, 2005, č. 2, s. 107-116.
18. **Sano, H., Kanemura, N., Burrow, M. F. et al.:** Effect of operator variability on dentin adhesion: students vs. dentists. Dent. Mater. J., roč. 17, 1998, č. 1, s. 51-58.
19. **Sano, H., Shono, T., Sonoda, H. et al.:** Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength — Evaluation of a micro-tensile bond test. Dent. Mater., roč. 10, 1994, č. 4, s. 236-240.
20. **Sano, H., Shono, T., Takatsu, T. et al.:** Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. Oper. Dent., roč. 19, 1994, č. 2, s. 59-64.
21. **Sano, H., Takatsu, T., Ciucchi, B. et al.:** Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. Oper. Dent., roč. 20, 1995, č. 1, s. 18-25.
22. **Schreiner, R. F., Chappell, R. P., Glaros, A. G. et al.:** Microtensile testing of dentin adhesives. Dent. Mater., roč. 14, 1998, č. 3, s. 194-201.
23. **Soderholm, K. J., Guelmann, M. Bimstein, E.:** Shear bond strength of one 4th and two 7th generation bonding agents when used by operators with different bonding experience. J. Adhes. Dent., roč. 7, 2005, č. 1, s. 57-64.
24. **Tay, F. R., Gwinnett, J. A. Wei, S. H.:** Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. Dent. Mater., roč. 12, 1996, č. 4, s. 236-244.
25. **Tay, F. R. Pashley, D. H.:** Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. Dent. Mater., roč. 17, 2001, č. 4, s. 296-308.
26. **Tay, F. R., Pashley, D. H., Suh, B. I. et al.:** Single-step adhesives are permeable membranes. J. Dent., roč. 30, 2002, č. 7-8, s. 371-382.
27. **Van Landuyt, K. L., De Munck, J., Snauwaert, J. et al.:** Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. J. Dent. Res., roč. 84, 2005, č. 2, s. 183-188.
28. **Van Meerbeek, B., Inokoshi, S., Braem, M. et al.:** Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. J. Dent. Res., roč. 71, 1992, č. 8, s. 1530-1540.
29. **Van Noort, R., Cardew, G. E., Howard, I. C. et al.:** The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. J. Dent. Res., roč. 70, 1991, č. 5, s. 889-893.
30. **Versluis, A., Tantbirojn, D. Douglas, W. H.:** Why do shear bond tests pull out dentin? J. Dent. Res., roč. 76, 1997, č. 6, s. 1298-1307.
31. **Wang, Y. Spencer, P.:** Continuing etching of an all-in-one adhesive in wet dentin tubules. J. Dent. Res., roč. 84, 2005, č. 4, s. 350-354.

Podpořeno grantem IGA MZ ČR č. NR/8278-3.

RNDr. Pavel Bradna, CSc.  
Výzkumný ústav stomatologický  
Vinohradská 48  
120 21 Praha 2  
e-mail: bradna@vus.cz