

# Vliv peroxidových bělicích systémů na stabilitu okrajového uzávěru a povrchovou odolnost kompozitních výplní

*Roubíčková A., Bradna P., Dudek M., Houšová D.*

Výzkumný ústav stomatologický 1. LF UK a VFN, Praha

## SOUHRN

Peroxidové bělicí přípravky mohou silným oxidačním účinkem působit na dříve zhotovené kompozitní výplně. Cílem práce bylo sledování vlivu bělicích systémů na dlouhodobou stabilitu okrajového uzávěru kompozitních výplní a na odolnost povrchu těchto materiálů. Studie byla provedena standardním testem mikroleakage na výplních V. třídy s okrajem ve sklovině a dentinu. Použity byly dvě skupiny vzorků (každá n=36) připravené s total-etch adhezivním systémem Gluma Comfort Bond a self-etching adhezivem iBond, vždy v kombinaci s mikrohybridním kompozitním materiálem Charisma. Peroxidový bělicí gel Opalescence PF 20 %, s obsahem 20% karbamid peroxidu určený pro domácí bělení, byl na zhotovené výplně (n=12) aplikován 25krát. Kontrolní skupiny po 12 vzorcích byly exponovány v destilované vodě po dobu 24 hodin a 2 měsíců. Změny povrchu kompozitního materiálu (n=5) byly charakterizovány měřením tvrdosti po 0, 2, 7, 14, a 25 aplikacích gelu a porovnávány s kontrolní skupinou (n=5) exponovanou po dobu 2 měsíců v destilované vodě. U vybraných vzorků byla hodnocena morfologie povrchu elektronovou mikroskopií. Po aplikaci peroxidového bělicího gelu nebyly prokázány významné změny okrajového uzávěru. U adheziva Gluma Comfort Bond v důsledku jeho dobrých adhezivních schopností, u systému iBond proto, že vlivem jeho snížené adheze ke sklovině docházelo k porušení okrajového uzávěru již na počátku experimentu. Významné projevy degradace byly naopak pozorovány u kompozitního materiálu, kdy po aplikaci bělicího gelu byla nalezena výrazná povrchová porozita spojená s poklesem tvrdosti kompozitu.

**Klíčová slova:** bělení - mikroleakage - okrajový uzávěr - adheziva - kompozitní materiál - povrchová tvrdost

## SUMMARY

### **Roubíčková A., Bradna P., Dudek M., Houšová D.: Effect of Peroxide Bleaching Systems on the Marginal Integrity and Surface Hardness of Composite Restorations**

Peroxide bleaching systems may affect resin composite restorations through their strong oxidative effect. The objective was to investigate the influence of bleaching systems on long-term stability of marginal integrity of composite restorations and composite surface resistance. Class V cavities were prepared at the enamel-dentine junction and filled using a total-etch adhesive system Gluma Comfort Bond (n=36) and self-etching adhesive iBond (n=36) in combination with the microhybrid resin composite material Charisma. The peroxide bleaching gel Opalescence PF 20% (20 wt. % carbamide peroxide) was applied 25 times on the restorations. The control groups were exposed to distilled water for 24 hours and two months before a microleakage test was performed. Composite hardness was characterized after 0, 2, 7, 14 and 25 applications of the gel and compared with the control group (each n=5) exposed to distilled water for two months. Surface morphology was evaluated using scanning electron microscopy. After the gel application no significant changes in marginal integrity were found for both groups of samples. With Gluma Comfort Bond due to its high bonding performance and with iBond due to its decreased performance on enamel causing marginal integrity failure at the beginning of the experiment. On the other hand, pronounced surface porosity and decreased hardness of the composite material indicated its significant degradation in the presence of the bleaching gel.

**Key words:** bleaching - microleakage - marginal integrity - adhesive - restorative composite - surface hardness

*Čes. Stomat., roč. 109, 2009, č. 2, s. 30–38.*

## ÚVOD

Estetické vnímání barvy zubů je výsledkem několika souběžně působících faktorů. Nejdůležitější vliv mají optické vlastnosti zubů - barva, translucence a opacita. Významnou měrou se podílí i subjektivní vnímání barev, které se mění v závislosti na světelných podmínkách (denní doba, roční období), únavě aj. [26] a je ovlivňováno i módními trendy. Negativně je přijímáno především zbarvení způsobené vadou vnitřních (endogenních) faktorů. Mezi ně patří nejrůznější typy dysplázií, podmíněných například nadužíváním sloučenin fluóru či některých léků (tetracyklíny), dále dysplázie na podkladě vrozených poruch (lues congenita, fetální erytroblastóza) nebo hypomineralizace a demineralizace zubní tkáně. K takovému zbarvení dochází většinou v průběhu odontogeneze, případně po erupci zubu, kdy jsou do struktury zubních tkání inkorporovány chromogenní sloučeniny [21, 48]. K častým příčinám patří i posttraumatická zbarvení či zbarvení zubních tkání vlivem látek uvolňovaných z výplňových materiálů. Na zbarvení zubů se podílejí i vnější (exogenní) příčiny, mezi něž se nejčastěji řadí kouření, pigmenty zachycené z potravy a nápojů, abraze a eroze zubních tkání nebo častá aplikace ústní vody s dezinfekčními látkami, např. chlorhexidinem [21, 48]. V důsledku nespokojenosti se zbarvením zubů jsou často požadovány zákroky vedoucí k jeho změně. Některé typy zbarvení je možné bez obtíží odstranit prostředky běžně užívanými v ordinaci zubního lékaře, pro jiné je třeba zvolit invazivnější metody bělení zubů.

## HISTORIE

První zmínky o bělení zubů pocházejí již z dob starého Egypta, kdy byly k bělení používány směsi rozemleté pemzy a vinného octa. Z 18. století je známo bělení čpavkem a kyselinou dusičnou, která byla aplikována na zuby izolované kovovou páskou. V odborné literatuře se první studie o bělení zubů objevují v 19. století, kdy je bělení prováděno nejrůznějšími sloučeninami od chloridů, chlornanu sodného přes perborát sodný až k peroxidu vodíku a karbamid peroxidu, používaným ve stomatologii od 60. let minulého století [22, 23]. V současné době jsou pro bělení zubů nejčastěji používány systémy obsahující peroxidy, které nejlépe vyhovují požadavku na mísitelnost s vodou, rychlý a regulovatelný účinek, nízkou toxicitu a v neposlední řadě i rozpad na jednoduché nebarvené produkty.

## MECHANISMUS ÚČINKU

Ačkoliv mechanismus bělení tvrdých zubních tkání peroxidovými sloučeninami není zcela objasněn, předpokládá se, že aktivní kyslík, reaktivní hydroxylové radikály  $\text{OH}\cdot$  nebo perhydroxylové anionty  $\text{HOO}^-$ , uvolňované tepelným nebo světelným rozpadem peroxidů, reagují s chromoforními organickými látkami (cyklické nenasycené organické sloučeniny) a anorganickými pigmenty. Jelikož jsou atakovány především dvojně vazby, které jsou v chromoforních látkách nositeli barevnosti, dochází ke změně jejich chemické struktury, což je spojeno s posunem absorpčního spektra světelného záření [11, 26, 27]. Výsledkem těchto oxidačních procesů je zesvětlení zubních tkání. Rychlost bělení je závislá na typu substrátu, koncentraci peroxidu, pH prostředí, teplotě, světlu, přítomnosti iontů ze skupiny přechodných kovů typu Ti, Mn, Fe a dalších, které působí jako katalyzátory urychlující rozpad peroxidů [28, 27]. Obdobným účinkem jako peroxid vodíku působí i karbamid peroxid, který se ve vodném prostředí rozkládá na peroxid vodíku a močovinu. Močovina a případně amoniak, vznikající jejím rozpadem, zvyšují pH až do alkalické oblasti, ve které se peroxid vodíku rozkládá za vzniku perhydroxylového aniontu  $\text{HOO}^-$ . Jelikož je k této reakci zapotřebí nižší energie než v kyselém prostředí, je rozpad karbamid peroxidu rychlejší [9]. Reaktivní složky rozpadu peroxidů působí nejen na chromoforní látky, ale i na tvrdé zubní tkáně, výplňový materiál a adhezni spoj. Malé molekuly radikálů mohou pronikat strukturou skloviny a dentinu až do oblasti pulpní dutiny [8, 16, 42] a vyvolávat degradaci zubních tkání v důsledku štěpení polypeptidového řetězce kolagenu hydroxylovými radikály v místech aminokyselin prolinu a alaninu [29]. Působením peroxidových systémů byl opakovaně prokázán pokles povrchové tvrdosti skloviny a dentinu a jejich morfologické změny [3, 13, 24, 30, 49], dále bylo pozorováno snížení pevnosti v tahu skloviny [10], snížení pevnosti v ohybu dentinu [36] a náchylnost k jeho křehkému porušení [37]. Předpokládá se, že dochází k napadení nejenom peptidických složek skloviny, ale i k demineralizaci skloviny [33, 41]. Avšak existují i práce, kde snížení mikrotvrdosti a změny morfologie skloviny nebyly pozorovány [31], anebo došlo k obnovení původních vlastností zubních tkání po aplikaci fluoridových přípravků [30]. Rozporuplné výsledky byly nalezeny rovněž po expozici výplňových materiálů v peroxidových bělicích systémech [2]. Pozorován byl pokles tvrdosti, vznik povrchové porozity a změna zbarvení povrchu [2, 11, 19, 49], přičemž intenzita těchto změn, zasahujících až do hloubky 2 mm [20], stoupala se zvyšující se koncentrací peroxidů. Odlišné výsledky však byly nalezeny při expozici „in situ“

**Tab. 1.** Přehled použitých materiálů.

Materiál	Výrobce	Složení <sup>1</sup>	Pracovní postup <sup>2</sup>
<b>Gluma Comfort Bond</b> LOT R010061	Heraeus Kulzer, Německo	UDMA, HEMA, 4-META, modifikovaná polyakrylová kyselina, etanol, voda, fotoiniciátory, stabilizátory	a (20s), b, c (1s-2s), 3x f (15s), g (3s-15s), h (20s), i, h(40s)
<b>Gluma Etch 20 Gel</b> LOT 235067		Gel 20% kyseliny ortofosforečné	
<b>iBond</b> LOT 010071		UDMA, 4-META, glutaraldehyd, aceton, voda, fotoiniciátory, stabilizátory	2 x f (30s), g, h (20s), i, h (40s)
<b>Charisma</b> LOT R010084	Heraeus Kulzer, Německo	Bis-GMA, TEGDMA Ba-Al-F sklo, vysoce disperzní SiO <sub>2</sub>	h (20 s)
<b>Opalescence PF 20%</b> LOT B0K0	Ultradent Products, Inc., USA	20 % karbamid peroxidu, 1100 ppm F-iontů, 0,5 % dusičnanu draselného	gel aplikován na tvrdé zubní tkáň a výplňový materiál

<sup>1</sup>Bis-GMA - bisfenol A diglycidylmetakrylát, HEMA - 2-hydroxyetylmetakrylát, 4-META - 4-metakryloyloxyetyltrimelitanhydrid TEGDMA - trietylenglykoldimetakrylát, UDMA - uretandimetakrylát

<sup>2</sup>a = leptání, b = oplachování, c = sušení, d = aplikace primeru, e = aplikace bondu, f = aplikace adheziva, g = ofouknutí, h = světelná polymerace, i = aplikace výplňového materiálu

u skloionomerních cementů, kompozitních materiálů a amalgámů, u nichž nedocházelo k výraznějším změnám povrchové drsnosti [12]. Nevýznamné změny povrchové morfologie byly rovněž zjištěny při „in vitro“ expozici hybridního kompozitu, ale i amalgámu a živcové keramiky střídavě v bělicím systému a umělé slině [34].

Překvapivě malá pozornost byla dosud věnována vlivu peroxidových bělicích systémů na adhezi výplňových materiálů k zubním tkáním a na stabilitu okrajového uzávěru, jehož odolnost významně ovlivňuje životnost kompozitních výplní, ale i jiných adhezivně fixovaných náhrad. Většina dosud publikovaných studií se zabývá především vlivem preoperativní aplikace bělicího gelu na pevnost vazby. Uváděn je reverzibilní pokles pevnosti vazby mezi bělenou sklovinou a adhezivním systémem, a to v rozmezí 1-3 týdnů po bělení [32, 35, 44]. Jednou z příčin dočasného poklesu pevnosti vazby může být inhibice radikálové polymerace kyslíkem uvolňovaným rozpadem peroxidů [14] a následné snížení počtu a délky pryskyřičných tagů [14, 43].

Opomíjenou otázkou zůstává postoperační vliv bělicích systémů na stabilitu adhezivního spoje mezi kompozitními materiály a tvrdými zubními tkáněmi. V dostupné literatuře Cavalli [7] zmiňuje negativní vliv bělicího systému s 10 % karbamid peroxidu na pevnost vazby self-etching adhezivních systémů ke sklovině. Podobné výsledky byly pozorovány při hodnocení stability okrajového uzávěru mezi kompozitním materiálem a sklovinou u kavit V. třídy po aplikaci bělicího systému s 10 % karbamid peroxidu testem microleakage [46], kdy byla zjištěna významně vyšší náchylnost okrajového uzávěru ke vzniku mikrospáry.

Cílem této pilotní fáze projektu výzkumu odolnosti adhezivního spoje v různých prostředích bylo sledovat dlouhodobý vliv peroxidového bělicího

systému na stabilitu okrajového uzávěru testem microleakage a ověřit jeho použitelnost pro tato měření. Dále zjistit vliv bělicích systémů na tvrdost a morfologii povrchu mikrohybridních kompozitních materiálů. Nulové hypotézy předpokládaly, že vlivem bělicích systémů nedochází k porušení okrajového uzávěru a k narušení povrchu kompozitních materiálů.

## MATERIÁL A METODIKA

Použit byl dvoukrokový total-etch adhezivní systém Gluma Comfort Bond (Heraeus Kulzer, Německo) a ze skupiny self-etching adheziv jednodlahvičkové jednokrokové adhezivum iBond (Heraeus Kulzer), v kombinaci s mikrohybridním kompozitním materiálem Charisma odstínu A2 (Heraeus Kulzer) (tab. 1). Modelovým systémem byl zvolen bělicí gel Opalescence PF 20 % (Ultradent Inc, USA) s obsahem 20 % karbamid peroxidu, určený pro domácí bělení. Mikroleakage byla sledována na extrahovaných lidských intaktních třetích molárech do dvou měsíců po jejich extrakci. V souladu s doporučenou metodikou ISO [25] byly zuby skladovány při teplotě 4°C po dobu 1 týdne v 0,5% roztoku chloraminu-T a poté v destilované vodě. Na bukální a linguální ploše v oblasti cementosklovinné hranice byly diamantovaným a poté karbidovým vrtáčkem vypreparovány kavity V. třídy o průměru (3±0,2) mm a hloubce 1,5 mm. Následně byl v souladu s návodem výrobce aplikován adhezivní systém a inkrementační metodou kompozitní materiál (tab. 1). Polymerace byla provedena halogenovou lampou Elipar TriLight (ESPE, Německo), jejíž světelný výkon 850 mW/cm<sup>2</sup> byl pravidelně kontrolován kalibrovaným radiometrem EVT 460 (Preciosa, Česká republika). Zhotovené výplně

byly zaleštěny brusným SiC papírem P1200 s velikostí částic 15  $\mu\text{m}$  (Buehler, USA) na leštičce Ecomet III (Buehler, USA). Dokumentace byla provedena digitálním fotoaparátem Olympus C5060, napojeným na optický stereomikroskop Nikon SMZ 2T (Nikon, Japonsko).

Zuby s výplněmi byly rozděleny pro každý adhezivní systém do tří skupin po 12 vzorcích. U první skupiny byl pravidelně v průběhu 2 měsíců aplikován 25krát bělicí gel v množství 0,1 g na 1 výplň. Zuby s gelem, zabalené ve fólii Parafilm (American National Can, USA) nepropustné pro vodu, byly uloženy v při teplotě  $(37\pm 1)^\circ\text{C}$  a 100% relativní vlhkosti. Další dvě skupiny byly kontrolní. Zuby v první kontrolní skupině byly exponovány v destilované vodě po dobu 24 hodin, v druhé skupině v destilované vodě po dobu dvou měsíců s pravidelnou výměnou po 4-5 dnech. Na každý zub připadlo 20 ml vody s obsahem 100 ppm azidu sodného pro zabránění mikrobiálního růstu. Expozice probíhaly při teplotě  $37^\circ\text{C}$ . Po uplynutí expoziční doby byly vzorky vyjmuty, fotodokumentovány a zpracovány pro měření mikroleakage. Nejprve byla provedena izolace zubu ochranným lakem a poté voskem po celé ploše vzorku s výjimkou výplně a jejího okolí v rozsahu 1 mm. Po 24hodinové expozici v 2% roztoku metylénové modři při teplotě  $23^\circ\text{C}$  byly zuby fixovány v polyetylenových kroužcích samopolymerující metylmetakrylátovou pryskyřicí Spofacryl (Spofadental, Česká republika). Výplně byly v podélné ose zubu rozřezány pomaluběžnou pilou Isomet s vodním chlazením (Buehler, USA) na tři části. Průnik barviva podél kompozitní výplně byl vyhodnocován optickým stereomikroskopem Nikon SMZ 2T při 10-20násobném zvětšení. Pro oblast skloviny i dentinu bylo zvoleno pětistupňové hodnocení: 0-bez průniku barviva, 0,5-slabý průnik maximálně do  $\frac{1}{4}$  hloubky kavity, 1-průnik do  $\frac{1}{2}$  hloubky kavity, 2-průnik do více než  $\frac{1}{2}$  hloubky kavity ne však až na její dno, 3-průnik na dno kavity. Faktor prostředí byl statisticky hodnocen pomocí neparametrického Kruskal-Wallis testu s mnohonásobným porovnáváním a mediánovým testem. Vliv umístění okraje výplně ve sklovině nebo dentinu byl analyzován Mann-Whitney U testem, vždy na hladině významnosti 0,05. Ke statistické analýze byl použit software Statistica 7.1 (StatSoft, USA).

Změny morfologie povrchu skloviny a dentinu po leptání byly sledovány na vzorcích připravených podélným rozříznutím zubu v distálním a aproximálním směru a zabroušením řezných ploch SiC papírem P1200. U první skupiny byla na povrch skloviny a dentinu aplikována 20% kyselina fosforečná (Gluma Etch 20 Gel, Heraeus Kulzer) a na povrch druhé skupiny iBond. Po uplynutí doby doporučené výrobcem (tab.1) byla kyselina fosforečná důkladně opláchnuta destilovanou

vodou, v případě iBondu etanolem. Po vysušení ve vakuu a napaření vrstvičky zlata byly vzorky analyzovány pomocí skenovacího elektronového mikroskopu (Jeol 5500, Japonsko).

Tvrdotost povrchu byla měřena na tělískách zhotovených z kompozitního materiálu Charisma A2 o průměru 5 mm a tloušťky 3 mm. Tělíska byla polymerována po vrstvách tloušťky přibližně 1,5 mm vždy po dobu 20 s. Po fixaci tělísek v pryskyřici Spofacryl byla odstraněna inhibovaná vrstva zbrúšením povrchu kompozitu SiC papírem P1200 a poté vyleštěním diamantovými suspenzemi s velikostí částic 6 a 3  $\mu\text{m}$  Metadi II (Buehler, USA). Finální doleštění bylo provedeno diamantovou suspenzí s velikostí částic 1  $\mu\text{m}$  na leštící látce Micro Cloth II (vše Buehler, USA). Zhotoveno bylo 10 vzorků rozdělených do dvou skupin. První skupina byla exponovaná v bělicím gelu při teplotě  $37^\circ\text{C}$  s pravidelným proměřováním tvrdosti po 0, 2, 7, 14 a 25 aplikacích. Druhá skupina byla exponována rovněž při  $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ , avšak v destilované vodě s měřením tvrdosti na začátku a po dvou měsících expozice. Použito bylo vždy 0,2 g bělicího gelu na povrch výplně s pravidelnou výměnou. Pro zabránění odpařování vody byly vzorky po dobu expozice zabaleny ve fólii nepropouštějící vodu a uloženy v prostředí se 100% relativní vlhkostí. Tvrdotost dle Knoopa byla měřena na mikrotvrdoměru IndentaMet 1600-1105D (Buehler, USA) při zatížení indentoru 50 g a době působení 5 s, vždy na třech různých místech vyleštěného povrchu kompozitu. Výsledky byly statisticky vyhodnoceny pomocí analýzy rozptylu ANOVA pro opakovaná měření, na hladině významnosti 0,05.

## VÝSLEDKY

Po expozici v bělicím gelu a kontrolním prostředím došlo u obou adhezivních systémů k porušení okrajového uzávěru. U total-etch adheziva Gluma Comfort Bond byl průnik indikačního barviva malý, nejvýše do hodnoty průměrného skóre 0,36, indikující mikropáru zasahující přibližně do  $\frac{1}{4}$  hloubky kavity. Statisticky významný rozdíl v hloubce mikropáry po expozici v bělicím gelu a u kontrolních skupin exponovaných v destilované vodě pozorován nebyl, a to jak pro dentinový (průměrné skóre 0,26-0,32), tak sklovinný okraj výplně (průměrné skóre 0,15-0,36 (tab. 2). Takto blízké hodnoty průniku barviva rovněž neindikovaly rozdíly mezi odolností sklovinného a dentinového okraje výplně. Odlišné chování bylo pozorováno u self-etching adheziva iBond, kde byla nalezena celkově nižší odolnost proti vzniku mikropáry. Na dentinovém okraji bylo průměrné skóre v rozsahu 0,41-0,57, přičemž rozdíly v rozsahu průniku barviva po expozici jak v bělicím gelu tak v destilované vodě nebyly statis-



**Tab. 2.** Průměrné skóre průniku indikačního barviva dentinovým a sklovinným okrajem.

Prostředí	Průměrné skóre					
	Dentin			Sklovina		
	Opalescence	24 hodin	2 měsíce	Opalescence	24 hodin	2 měsíce
Gluma Comfort Bond	0,28±0,26a	0,32±0,38a	0,26±0,36a	0,36±0,47a	0,16±0,29	0,15±0,33a
iBond	0,41±0,44a	0,57±0,52a	0,47±0,26a	0,54±0,52a	0,81±0,36b	0,76±0,26b

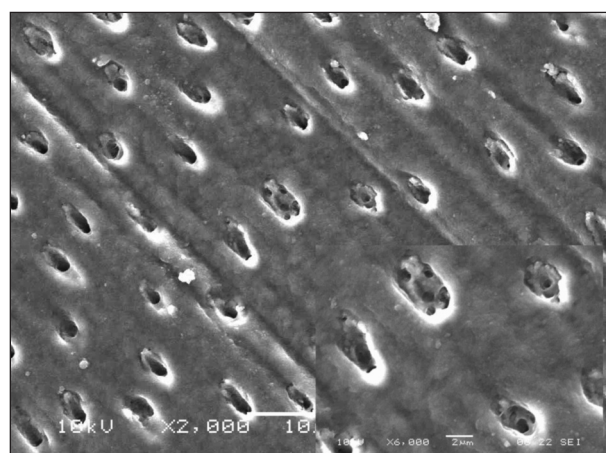
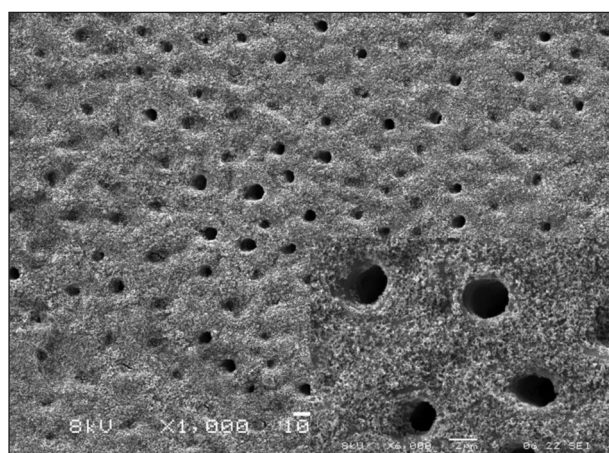
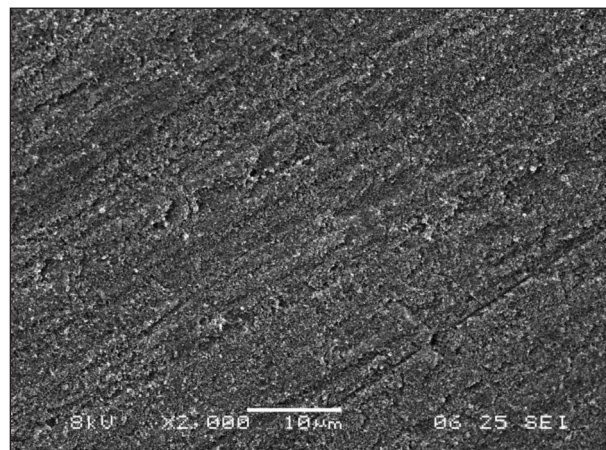
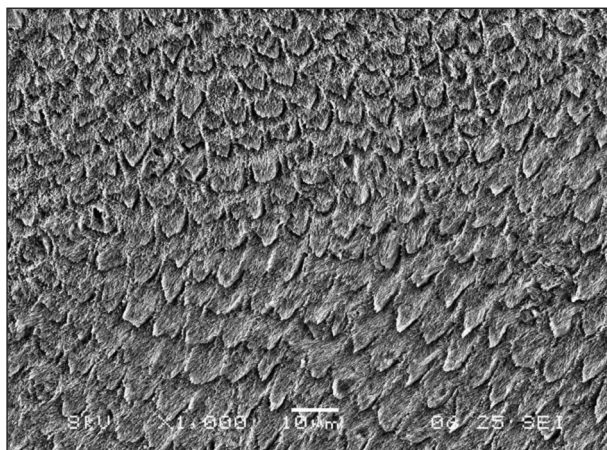
Odlišná písmena v řádce označují statisticky významné rozdíly při  $p=0,05$

tický významné. Naproti tomu na sklovinném okraji s vyšším průměrným skóre v rozsahu 0,54-0,81 bylo překvapivě nalezeno mírné, ale signifikantně ( $p<0,02$ ) menší riziko vzniku mikropáry po expozici v peroxidovém gelu než v kontrolním prostředí destilované vody (tab. 2). Při porovnání odolnosti dentinové a sklovinné části výplně byla patrná signifikantně větší náchylnost ke vzniku mikropáry na sklovinném okraji, nejenom po dvouměsíční expozici ve vodě ( $p<0,009$ ), ale již po 24 hodinách ve vodě ( $p<0,005$ ).

Větší riziko vzniku mikropáry u sledovaného self-etching adheziva se odráželo i v jeho menší

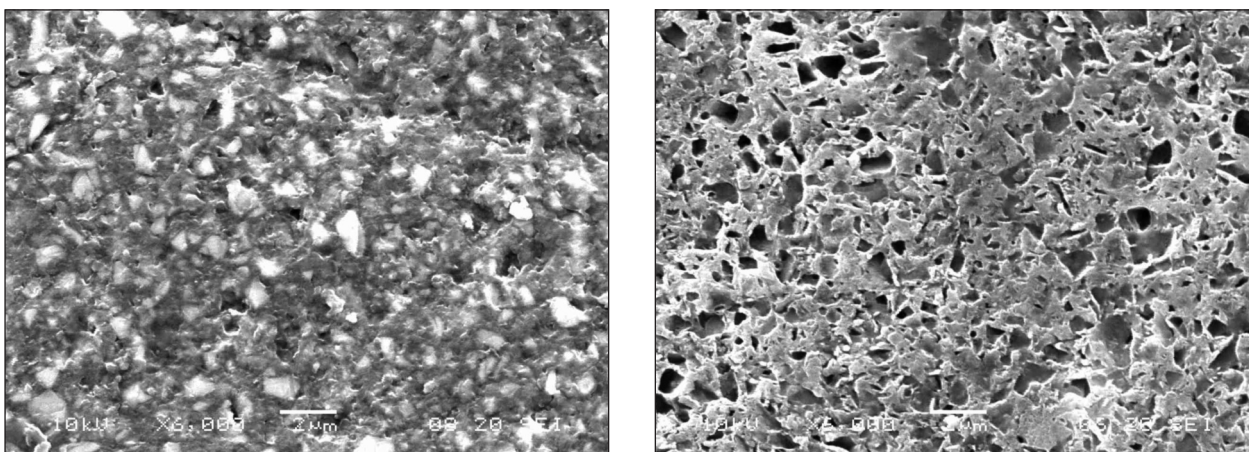
schopnosti demineralizovat sklovinu a dentin. V porovnání s typickou morfologií po demineralizací kyselinou fosforečnou u systému Gluma Comfort Bond (obr. 1), byla po aplikaci iBond zřejmá pouze drobná porozita povrchu skloviny a otevřené dentinové tubuly s nedokonale demineralizovaným peritubulárním dentinem (obr. 2).

Výrazná degradační schopnost bělicího gelu byla naopak nalezena u kompozitního materiálu, kdy již po několika aplikacích gelu klesla jeho tvrdost (graf 1), a povrch vykazoval zbledení v důsledku výrazné porozity (obr. 3).

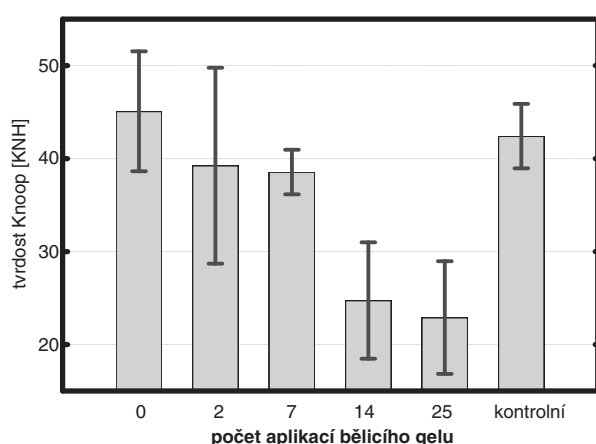


**Obr. 1.** Povrch skloviny a dentinu po leptání přípravkem Gluma Etch 20 Gel: a) sklovina s typickými sklovinnými prismaty a odleptanou interprismatickou hmotou, b) dentin pokrytý částicemi amorfního  $\text{SiO}_2$  ze zahušťovadla leptacího gelu či vápenatými solemi kyseliny fosforečné, které uzavírají ústí značného podílu dentinových tubulů.

**Obr. 2.** Povrch skloviny a dentinu po aplikaci self-etching adheziva iBond: a) povrch skloviny s drobnou povrchovou porozitou, b) povrch dentinu se zřetelným ústím dentinových tubulů a postranních kanálků. V ústí tubulů zůstávají zbytky peritubulárního dentinu.



**Obr. 3.** Povrch kompozitního materiálu a) 2 měsíců expozice v destilované vodě, b) po 25 aplikacích bělicího gelu.



**Graf 1.** Závislost tvrdosti povrchu mikrohybridního kompozitního materiálu po aplikaci bělicího gelu v porovnání s kontrolní skupinou exponovanou po dobu 2 měsíců v destilované vodě. Tvrdost v jednotkách dle Knoopa.

## DISKUSE

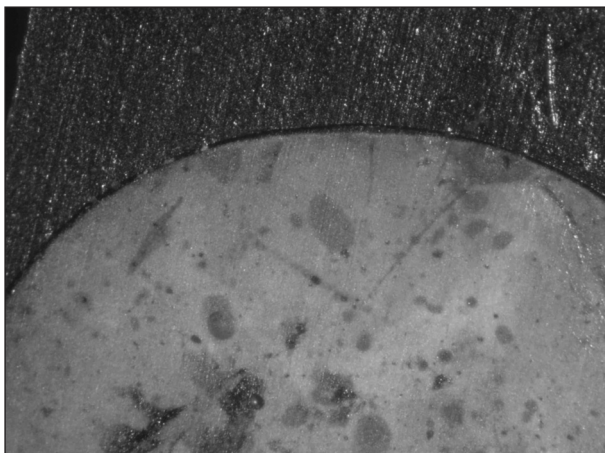
Přestože peroxidové bělicí systémy jsou široce používány pro ordinanční a domácí bělení zubů, jejich vliv na stabilitu okrajového uzávěru a odolnost povrchu kompozitních výplní není dobře prozkoumán. Silný oxidační účinek aktivních molekul kyslíku, hydroperoxidů či perhydroxylových aniontů, ale i dalších složek bělicích systémů [3] může významným způsobem ovlivnit životnost kompozitních výplní. Průnik těchto látek podél rozhraní kavity a výplně může být obzvláště významný u systémů, u nichž adhezivní vrstva není nepropustná, ale semipermeabilní [38, 39, 40], což může průnik a degradační působení peroxidových bělicích gelů urychlovat. V naší studii jsme použili dva typické adhezivní systémy, které se lišily aplikačním postupem a spolehlivostí. Gluma Comfort Bond patří mezi typická adheziva s vysokou a reprodukovatelnou adhezí ke sklovině i dentinu

[5, 6, 15]. Naproti tomu u self-etching adheziva iBond je nejenom spolehlivost, ale i pevnost vazby nižší [4, 5, 18]. Společným rysem obou adhezivních systémů je současná aplikace směsi primeru a bondu, která obsahuje kromě vazebných hydrofobních složek i hydrofilní monomery. Jejich přítomnost může zvyšovat nejenom průnik a sorpci vody adhezivním spojem [39], ale i průnik malých molekul aktivního kyslíku či hydroperoxidů podél výplně a zubních tkání. Ty mohou iniciovat štěpní polymerních řetězců adheziv, ale i vláken kolagenu, vedoucí k degradaci adhezivního spoje a snížení odolnosti okrajového uzávěru.

V naší práci jsme s použitím standardního testu mikroleakage nezjistili významné porušení okrajového uzávěru, a to ani po 25násobné aplikaci peroxidového bělicího gelu. Překvapivým se též ukázalo, že žádný ze sledovaných adhezivních systémů není zcela odolný proti vzniku mikropáry. V případě total-etch adheziva Gluma Comfort Bond se již po 24hodinové expozici ve vodě objevil průnik barviva sklovinným a dentinovým okrajem kavity (tab. 2), jehož rozsah se nezměnil po 2 měsících expozice ve vodě či po expozici v peroxidovém bělicím gelu. Zajímavější chování bylo pozorováno u self-etching adheziva iBond, jehož vyšší průměrné skóre a dokonce několik hodnot 3 indikovalo přítomnost mikropáry zasahující až na dno kavity, a tudíž sníženou adhezí oproti Gluma Comfort Bond. I přes menší adhezii však nebyly na dentinovém okraji výplně zjištěny významné rozdíly v odolnosti okrajového uzávěru při expozici jak v peroxidovém gelu tak v destilované vodě (tab. 2). Významné riziko vzniku mikropáry však bylo nalezeno na sklovinném okraji po 24hodinové expozici v destilované vodě (tab. 2), kde často docházelo k odtržení výplně od skloviny viditelné dokonce optickým mikroskopem (obr. 4). Vliv peroxidového bělicího gelu se jevil oproti vodě dokonce méně významný, neboť průměrné skóre dosahovalo hodnot na úrovni dentinového okraje, (tab. 2). Jak ukazují (obr.



3a,b), je pravděpodobnou příčinou menší odolnosti sklovinného okraje ke vzniku mikrospáry zřejmě snížená míra leptacích schopností tohoto self-etching adheziva [4, 17]. Po aplikaci iBond byly při pozorování skloviny elektronovým mikroskopem patrné pouze rýhy po brusivu a drobná povrchová porozita (obr. 2). Typická morfologie povrchu skloviny s odhalením interprismatických prostorů po leptání kyselinou fosforečnou (obr. 1) chyběla. Snížená schopnost demineralizace byla zřejmá i na povrchu dentinu, kde v porovnání s leptáním kyselinou fosforečnou (obr. 1) byl patrný nedokonale odstraněný peritubulární dentin.



**Obr. 4.** Spára na sklovinném okraji výplně vznikající při použití self-etching adheziva iBond a expozici v destilované vodě po dobu 24 hodin.

V našem experimentu jsme podobně jako autoři [7] pozorovali, že k selhání adhezivního spoje jsou náchylnější self-etching adheziva, přičemž slabým místem je adheze ke sklovině. Na rozdíl od těchto autorů, kteří proměřovali pevnost vazby, použité experimentální uspořádání vycházelo ze standardně doporučených kavit V. třídy [1, 25] s vysokým C-faktorem (poměr vázané k volné ploše výplně) blízkým hodnotě 5. Za těchto podmínek je adhezivní spoj silně zatížen nejenom působícím prostředím, ale i silným kontrakčním pnutím. Jestliže v takovém uspořádání dojde k odtržení kompozitního materiálu od skloviny, polymerační pnutí se uvolní, což sníží napětí působící na zbývajícím, v tomto případě dentinovém rozhraní. K tomuto efektu zřejmě došlo u systému iBond, kdy již po 24 hodinách byl pozorován vznik mikrospáry na sklovinném okraji výplně. K porušení okrajového uzávěru došlo u tohoto systému vlivem působícího kontrakčního napětí dříve, než se mohl uplatnit degradační vliv prostředí. Nízká adheze ke sklovině v tomto případě může tudíž zastírat vliv peroxidového bělicího gelu. Nižší míra penetrace dentinovým okrajem kavity proto nutně neznamená vyšší odolnost tohoto rozhraní vůči peroxidovému gelu. Na základě dosažených

výsledků nelze proto jednoznačně potvrdit či vyvrátit hypotézu o degradačním vlivu peroxidových systémů na adhezivní spoj. Vhodnějším uspořádáním pro podobné studium se jeví uspořádání s nízkým C-faktorem, kdy adhezivní spoj je zatěžován především působícím prostředím. Takové podmínky lze dobře splnit při měření pevnosti vazby ve smyku, tahu či mikrotahu, kdy je C faktor blízký hodnotě 1.

Jednoznačné výsledky však byly nalezeny při hodnocení odolnosti povrchu kompozitního materiálu. Výrazný pokles tvrdosti (graf 1) spolu s povrchovou porozitou ukazují na silný korozivní účinek peroxidových bělicích gelů na kompozitní materiál. V souladu s publikovanými údaji lze předpokládat především uvolňování částic plniva z povrchu kompozitu v důsledku porušení mezifázové vazby plnivo-matrice [20, 45, 47].

## ZÁVĚR

Významné degradační změny okrajového uzávěru po aplikaci peroxidového bělicího gelu nebyly v této práci prokázány. V případě total-etch adheziva reprezentovaného systémem Gluma Comfort Bond je toto zjištění zřejmě výsledkem jeho dobrých adhezivních schopností a odolnosti. U self-etching systému iBond došlo v důsledku jeho celkově horších adhezivních vlastností k porušení okrajového uzávěru již na počátku experimentu spíše vlivem kontrakčních pnutí, než vlivem sledovaného prostředí. Ačkoliv test mikro-leakage je standardně doporučovaným testem, dosažené výsledky ukazují, že obzvláště pro hodnocení adheziv s menší pevností vazby nemusí tento test poskytovat jednoznačné výsledky. Výhodnějšími se jeví zkoušky pevnosti vazby, které v současné době probíhají v naší laboratoři pro obdobné adhezivní systémy. Prokazatelné degradační změny po kontaktu s peroxidovým bělicím gelem však byly nalezeny na povrchu kompozitního materiálu. Již po krátké době docházelo ke snížení jeho tvrdosti a spojení se vznikem povrchové porozity. Tyto výsledky ukazují, že při aplikaci bělicího gelu je potřebné počítat především se změnou optických, ale i mechanických vlastností dříve zhotovených výplní.

## LITERATURA

1. **ADA.** Dentin and Enamel Adhesive Materials. Acceptance Program Guidelines, Council on Scientific Affairs, 2001.
2. **Attin, T., Hannig, C., Wiegand, A. et al.:** Effect of bleaching on restorative materials and restorations-a systematic review. Dent. Mater., roč. 20, 2004, č. 9, s. 852-861.
3. **Basting, R. T., Rodrigues, A. L., Jr. Serra, M. C.:** The effect of 10% carbamide peroxide, carbopol and/or glycerin

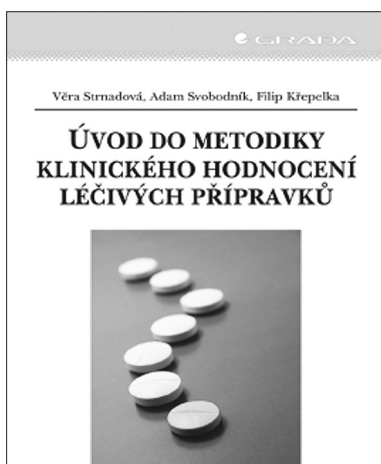
- on enamel and dentin microhardness. *Oper. Dent.*, roč. 30, 2005, č. 5, s. 608-616.
4. **Brackett, M. G., Brackett, W. W., Haisch, L. D.:** Microleakage of class V resin composites placed using self-etching resins: effect of prior enamel etching. *Quintessence Int.*, roč. 37, 2006, č. 2, s. 109-113.
  5. **Bradna, P., Dudek, M., Vrbova, R. et al.:** Comparison of bonding performance of Self and total-etch adhesives on human dentin using reliability analysis. *J. Adhesive Dentistry*, roč. 10, 2008, č. 6, s. 423-429.
  6. **Cardoso Pde, C., Lopes, G. C., Vieira, L. C., et al.:** Effect of solvent type on microtensile bond strength of a total-etch one-bottle adhesive system to moist or dry dentin. *Oper. Dent.*, roč. 30, 2005, č. 3, s. 376-381.
  7. **Cavalli, V., de Carvalho, R. M., Giannini, M.:** Influence of carbamide peroxide-based bleaching agents on the bond strength of resin-enamel/dentin interfaces. *Braz. Oral Res.*, roč. 19, 2005, č. 1, s. 23-29.
  8. **Cooper, J. S., Bokmeyer, T. J., Bowles, W. H.:** Penetration of the pulp chamber by carbamide peroxide bleaching agents. *J. Endod.*, roč. 18, 1992, č. 7, s. 315-317.
  9. **Cotton, F. A., Wilkinson, G.:** *Advanced inorganic chemistry.* New York, 1966, John Wiley, Český překlad, Academia, 1973.
  10. **da Silva, A. P., de Oliveira, R., Cavalli, V. et al.:** Effect of peroxide-based bleaching agents on enamel ultimate tensile strength. *Oper. Dent.*, roč. 30, 2005, č. 3, s. 318-324.
  11. **Dahl, J. E., Pallesen, U.:** Tooth bleaching—a critical review of the biological aspects. *Crit. Rev. Oral Biol. Med.*, roč. 14, 2003, č. 4, s. 292-304.
  12. **de A Silva, M. F., Davies, R. M., Stewart, B. et al.:** Effect of whitening gels on the surface roughness of restorative materials in situ. *Dent. Mater.*, roč. 22, 2006, č. 10, s. 919-924.
  13. **de Oliveira, R., Paes Leme, A. F., Giannini, M.:** Effect of a carbamide peroxide bleaching gel containing calcium or fluoride on human enamel surface microhardness. *Braz. Dent. J.*, roč. 16, 2005, č. 2, s. 103-106.
  14. **Dishman, M. V., Covey, D. A., Baughan, L. W.:** The effects of peroxide bleaching on composite to enamel bond strength. *Dent. Mater.*, roč. 10, 1994, č. 1, s. 33-36.
  15. **Ernest, C. P., Holzmeier, M., Willershausen, B.:** In vitro shear bond strength of self-etching adhesives in comparison to 4th and 5th generation adhesives. *J. Adhes. Dent.*, roč. 6, 2004, č. 4, s. 293-299.
  16. **Gokay, O., Mujdeci, A., Algin, E.:** In vitro peroxide penetration into the pulp chamber from newer bleaching products. *Int. Endod. J.*, roč. 38, 2005, č. 8, s. 516-520.
  17. **Gregoire, G., Ahmed, Y.:** Evaluation of the enamel etching capacity of six contemporary self-etching adhesives. *J. Dent.*, roč. 35, 2007, č. 5, s. 388-397.
  18. **Gueders, A. M., Charpentier, J. F., Albert, A. I. et al.:** Microleakage after thermocycling of 4 etch and rinse and 3 self-etch adhesives with and without a flowable composite lining. *Oper. Dent.*, roč. 31, 2006, č. 4, s. 450-455.
  19. **Gurgan, S., Yalcin, F.:** The effect of 2 different bleaching regimens on the surface roughness and hardness of tooth-colored restorative materials. *Quintessence Int.*, roč. 38, 2007, č. 2, s. 83-87.
  20. **Hannig, C., Duong, S., Becker, K. et al.:** Effect of bleaching on subsurface micro-hardness of composite and a polyacid modified composite. *Dent. Mater.*, roč. 23, 2007, č. 2, s. 198-203.
  21. **Hattab, F. N., Qudeimat, M. A., al-Rimawi, H. S.:** Dental discoloration: an overview. *J. Esthet. Dent.*, roč. 11, 1999, č. 6, s. 291-310.
  22. **Haywood, V. B., Heymann, H. O.:** Nightguard vital bleaching. *Quintessence Int.*, roč. 20, 1989, č. 3, s. 173-176.
  23. **Haywood, V. B., Heymann, H. O.:** Nightguard vital bleaching: how safe is it? *Quintessence Int.*, roč. 22, 1991, č. 7, s. 515-523.
  24. **Hegedus, C., Bistey, T., Flora-Nagy, E. et al.:** An atomic force microscopy study on the effect of bleaching agents on enamel surface. *J. Dent.*, roč. 27, 1999, č. 7, s. 509-515.
  25. **ISO.** Technical Specification ISO/TS 11405: 2003(E), Dental materials – Testing of adhesion to tooth structure.
  26. **Joiner, A.:** Tooth colour: a review of the literature. *J. Dent.*, roč. 32 Suppl 1, 2004, č. s. 3-12.
  27. **Joiner, A.:** The bleaching of teeth: a review of the literature. *J. Dent.*, roč. 34, 2006, č. 7, s. 412-419.
  28. **Kashima-Tanaka, M., Tsujimoto, Y., Kawamoto, K. et al.:** Generation of free radicals and/or active oxygen by light or laser irradiation of hydrogen peroxide or sodium hypochlorite. *J. Endod.*, roč. 29, 2003, č. 2, s. 141-143.
  29. **Kawamoto, K., Tsujimoto, Y.:** Effects of the hydroxyl radical and hydrogen peroxide on tooth bleaching. *J. Endod.*, roč. 30, 2004, č. 1, s. 45-50.
  30. **Lewinsein, I., Fuhrer, N., Churaru, N. et al.:** Effect of different peroxide bleaching regimens and subsequent fluoridation on the hardness of human enamel and dentin. *J. Prosthet. Dent.*, roč. 92, 2004, č. 4, s. 337-342.
  31. **Lopes, G. C., Bonisconi, L., Baratieri, L. N. et al.:** Effect of bleaching agents on the hardness and morphology of enamel. *J. Esthet. Restor. Dent.*, roč. 14, 2002, č. 1, s. 24-30.
  32. **McGuckin, R. S., Thurmond, B. A., Osovitz, S.:** Enamel shear bond strengths after vital bleaching. *Am. J. Dent.*, roč. 5, 1992, č. 4, s. 216-222.
  33. **Perdigao, J., Francci, C., Swift, E. J., Jr. et al.:** Ultra-morphological study of the interaction of dental adhesives with carbamide peroxide-bleached enamel. *Am. J. Dent.*, roč. 11, 1998, č. 6, s. 291-301.
  34. **Schemehorn, B., Gonzalez-Cabezas, C. Joiner, A.:** A SEM evaluation of a 6% hydrogen peroxide tooth whitening gel on dental materials in vitro. *J. Dent.*, roč. 32 Suppl 1, 2004, s. 35-39.
  35. **Sundfeld, R. H., Briso, A. L., De Sa, P. M. et al.:** Effect of time interval between bleaching and bonding on tag formation. *Bull. Tokyo Dent. Coll.*, roč. 46, 2005, č. 1-2, s. 1-6.
  36. **Tam, L. E., Abdool, R., El-Badrawy, W.:** Flexural strength and modulus properties of carbamide peroxide-treated bovine dentin. *J. Esthet. Restor. Dent.*, roč. 17, 2005, č. 6, s. 359-367; discussion 367-368.
  37. **Tam, L. E., Noroozi, A.:** Effects of direct and indirect bleach on dentin fracture toughness. *J. Dent. Res.*, roč. 86, 2007, č. 12, s. 1193-1197.
  38. **Tay, F. R., Frankenberger, R., Krejci, I. et al.:** Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. In vivo evidence. *J. Dent.*, roč. 32, 2004, č. 8, s. 611-621.
  39. **Tay, F. R., Lai, C. N., Chersoni, S. et al.:** Osmotic blistering in enamel bonded with one-step self-etch adhesives. *J. Dent. Res.*, roč. 83, 2004, č. 4, s. 290-295.
  40. **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.
  41. **Tezel, H., Ertas, O. S., Ozata, F. et al.:** Effect of bleaching agents on calcium loss from the enamel surface. *Quintessence Int.*, roč. 38, 2007, č. 4, s. 339-347.
  42. **Thitinanthapan, W., Satamanont, P., Vongsavan, N.:** In vitro penetration of the pulp chamber by three brands of carbamide peroxide. *J. Esthet. Dent.*, roč. 11, 1999, č. 5, s. 259-264.
  43. **Titley, K. C., Torneck, C. D., Smith, D. C. et al.:** Scanning electron microscopy observations on the penetration and structure of resin tags in bleached and unbleached bovine enamel. *Endod.*, roč. 17, 1991, č. 2, s. 72-75.
  44. **Torneck, C. D., Titley, K. C., Smith, D. O. et al.:** Effect of water leaching the adhesion of composite resin to bleached and unbleached bovine enamel. *J. Endod.*, roč. 17, 1991, č. 4, s. 156-160.
  45. **Turker, S. B., Biskin, T.:** Effect of three bleaching agents



- on the surface properties of three different esthetic restorative materials. *J. Prosthet. Dent.*, roč. 89, 2003, č. 5, s. 466-473.
46. **Ulukapi, H., Benderli, Y., Ulukapi, I.:** Effect of pre- and postoperative bleaching on marginal leakage of amalgam and composite restorations. *Quintessence Int.*, roč. 34, 2003, č. 7, s. 505-508.
47. **Wattanapayungkul, P., Yap, A. U.:** Effects of in-office bleaching products on surface finish of tooth-colored restorations. *Oper. Dent.*, roč. 28, 2003, č. 1, s. 15-19.
48. **Watts, A., Addy, M.:** Tooth discolouration and staining: a review of the literature. *Br. Dent. J.*, roč. 190, 2001, č. 6, s. 309-316.
49. **Zantner, C., Beheim-Schwarzbach, N., Neumann, K. et al.:** Surface microhardness of enamel after different home bleaching procedures. *Dent. Mater.*, roč. 23, 2007, č. 2, s. 243-250.

*Práce byla vypracována s podporou grantu IGA MZ ČR č. NR/8278-3, GAUK 40108 a rozvojovým programem MŠTM ČR 237552.*

*MUDr. Adéla Roubíčková  
Výzkumný ústav stomatologický 1. LF UK  
a VFN  
Vinohradská 48  
120 21 Praha 2  
e-mail: adkal@seznam.cz*



## ÚVOD DO METODIKY KLINICKÉHO HODNOCENÍ LÉČIVÝCH PŘÍPRAVKŮ

*Věra Strnadová, Adam Svobodník, Filip Křepelka*

Knihu vytvořila skupina univerzitních učitelů, majících bohaté osobní zkušenosti s klinickým hodnocením léčiv. Vzhledem k jejich různému zaměření, představuje kniha aktuální a ucelený pohled na speciální problematiku, která je vzhledem k naší současné legislativě a odpovídající legislativě EU mimořádně aktuální.

Publikace je určena jednak studentům přírodovědného zaměření, zejména medicíny, farmacie, biologie, chemie, kteří chtějí získat ucelené informace v této oblasti, ale také členům etických komisí, kteří posuzují etiku klinického výzkumu. Zaměstnanci výzkumných institucí i zdravotnických zařízení, najdou v textu odpovědi na základní otázky metodické, etické

i právní. Text je užitečnou pomůckou pro farmaceutické firmy, které se podílejí na organizaci výzkumu léčiv.

*Vydalo nakladatelství Grada Publishing a.s., formát A5, brožovaná vazba, 152 stran, cena 290 Kč, (493 Sk), ISBN 978-80-247-1917-7, kat. číslo 1072.*

**Objednávku můžete poslat na adresu: Nakladatelské a tiskové středisko ČLS JEP, Sokolská 31, 120 26 Praha 2, fax: 224 266 226, e-mail: nts@cls.cz**

**Na objednávce laskavě uveďte i jméno časopisu, v němž jste se o knize dozvěděli.**