

Sveučilište u Zagrebu
Stomatološki fakultet u Zagrebu

Ksenija Dukarić

ISTRAŽIVANJE ČVRSTOĆE VEZIVANJA NA DENTIN EKSPERIMENTALNIH KOMPOZITNIH
MATERIJALA FUNKCIONALIZIRANIH DODATKOM FLUOROM OBOGAĆENOG
BIOAKTIVNOG STAKLA SA SMANJENIM UDJELOM NATRIJA

Zagreb, 2023.

Ovaj rad izrađen je na Zavodu za endodonciju i restaurativnu stomatologiju Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu pod vodstvom dr. sc. Mateja Para, djelomično u sklopu znanstvenog projekta Hrvatske zaklade za znanost „Biomimetički inteligentni kompozitni materijali“ (šifra projekta IP-2019-04-6183, voditeljica projekta prof. dr. sc. Zrinka Tarle) i predan je na natječaj za dodjelu Rektorove nagrade u akademskoj godini 2022./2023.

Lektor za hrvatski jezik: Sanja Latin, dipl. učiteljica razredne nastave s pojačanim programom iz predmeta Hrvatski jezik

Lektor za engleski jezik: Ivana Karpov, dipl. učiteljica engleskog jezika

KRATICE

BS – bioaktivno staklo

Bis-GMA – bisfenol-A-glicidil-dimetakrilat

TEGDMA – trieten-glikol-dimetakrilat

SADRŽAJ

| | |
|---|-----------|
| 1. UVOD | 1 |
| 1.1. Polimerizacijsko skupljanje kompozitnih materijala | 1 |
| 1.2. Razvoj bioaktivnih stakala kao funkcionalnih punila u kompozitnim materijalima | 1 |
| 1.3. Čvrstoća vezivanja na dentin | 2 |
| 2. HIPOTEZE | 3 |
| 3. MATERIJALI I METODE | 4 |
| 3.1. Sastav eksperimentalnih kompozitnih materijala | 4 |
| 3.2. Priprema eksperimentalnih kompozitnih materijala | 5 |
| 3.3. Priprema dentinskog supstrata za vezivanje kompozitnih materijala | 6 |
| 3.4. Aplikacija adhezijskog sustava i eksperimentalnih kompozitnih materijala | 8 |
| 3.5. Pohrana uzoraka | 10 |
| 3.6. Mjerenje smične čvrstoće vezivanja na dentin | 11 |
| 3.7. Statistička analiza | 12 |
| 4. REZULTATI | 13 |
| 5. RASPRAVA | 17 |
| 6. ZAKLJUČAK | 20 |
| 7. ZAHVALA | 21 |
| 8. POPIS LITERATURE | 22 |
| 9. SAŽETAK | 25 |
| 10. SUMMARY | 26 |

1. UVOD

1.1. Polimerizacijsko skupljanje kompozitnih materijala

Kompozitni materijali su prvi izbor za izravne prednje i stražnje restauracije zahvaljujući odličnim estetskim i mehaničkim svojstvima, biokompatibilnosti te maksimalnom očuvanju tvrdih zubnih tkiva (1). Unatoč velikom napretku, problem koje prati sve generacije i koji je glavni razlog kliničkog neuspjeha kompozitnih restauracija je polimerizacijsko skupljanje koje je posljedica povezivanja monomera u polimernu mrežu. To povezivanje dovodi do smanjenja volumena organske smolaste matrice, eventualnog prevladavanja veze između stijenke zuba i materijala, a zatim i do nastanka lokalizirane marginalne pukotine (2,3). Prostor marginalne pukotine predstavlja put i stanište bakterijama iz usne šupljine koje mogu uzrokovati sekundarni karijes. Osim sekundarnog karijesa, mikropropuštanje uzduž marginalne pukotine može iritirati pulpu, biti uzrok dentinskoj preosjetljivosti ili promjeni boje na rubu ispuna (3,4).

1.2. Razvoj bioaktivnih stakala kao funkcionalnih punila u kompozitnim materijalima

Posljedice marginalnog propuštanja navode se u literaturi kao glavni razlozi neuspjeha kompozitnih restauracija (4). S ciljem povećanja trajnosti restauracija i smanjenjem potrebe za zamjenom, istražuju se kompozitni materijali koji uz organsku smolastu matricu, anorgansko punilo i svezujuće sredstvo sadrže i bioaktivno staklo (BS) (5). To je reaktivno punilo koje u vodenom mediju otpušta remineralizirajuće ione i na svojoj površini taloži hidroksiapatit te na taj način brtvi marginalnu pukotinu, a uz to pokazuje i antibakterijski i alkalizirajući učinak (6). Općenito, sastav BS-a se može prilagođavati željenoj namjeni promjenama sastava oksidnih prekursora prilikom sinteze (7). Promjenama udjela elemenata (npr. natrija) može se učinkovito mijenjati mrežna povezanost strukture BS-a, koja izravno određuje njegovu reaktivnost i topljivost u vodi. Prvo BS razvijeno je krajem Drugog svjetskog rata za potrebe ortopedske kirurgije, a poznato je pod nazivom 45S5 u kojem „45S“ označava 45% težinskog udjela SiO_2 , a „5“ predstavlja molarni omjer kalcija naspram fosfora (8). To staklo karakterizira izrazito visoka topljivost i reaktivnost, što je pogodno za njegovu primarnu upotrebu za nadomještanje kosti (9). Zbog otpuštanja visokih koncentracija kalcija i fosfata te povišenja pH vrijednosti otopine, BS 45S5 je privuklo pažnju istraživača koji se bave razvojem remineralizirajućih dentalnih kompozitnih materijala. U posljednja dva desetljeća objavljen je niz istraživanja BS-a 45S5 kao reaktivnog dodatka restaurativnim kompozitima (10–13) u kojima je pokazana iznimna sposobnost kompozitnih materijala s BS-om 45S5 za otpuštanje iona (10), neutralizaciju kiselina (11) i remineralizaciju tvrdih zubnih tkiva (12). Dodatna prednost bila je i izražena sklonost taloženju hidroksiapatita na površini materijala koja se teoretski može primijeniti za brtvljenje marginalne pukotine (13). Međutim, visoka reaktivnost BS-a 45S5 neizbježno smanjuje mehanička svojstva kompozitnih materijala, što ograničava primjenjivost u područjima žvačnog opterećenja (14).

Budući da eksperimentalni kompozitni materijali koje sadrže BS 45S5 nisu pokazali zadovoljavajuća mehanička svojstva unatoč visokom remineralizirajućem potencijalu, razvijeno je modificirano BS (15). Za razliku konvencionalnog BS-a 45S5, modificirano BS sadrži smanjen udio natrija čime se povećava njegova stabilnost, a dodavanjem iona fluora potaknuta su remineralizirajuća svojstva (15,16). Modificirano BS sa smanjenim udjelom natrija obogaćeno fluoridima ispitano je kao funkcionalno punilo eksperimentalnih remineralizirajućih kompozita i pokazalo je smanjeno otpuštanje iona u usporedbi s konvencionalnim BS 45S5, što je u skladu s njegovom smanjenom reaktivnošću. Međutim, i takvo smanjeno otpuštanje je bilo dostatno za precipitaciju apatita i zaštitu tvrdih zubnih tkiva od kiselinske erozije (17,18). Stoga modificirano fluorom obogaćeno BS sa smanjenim udjelom natrija predstavlja obećavajuću alternativu konvencionalnom BS-u za upotrebu kao reaktivno punilo remineralizirajućih kompozita.

1.3. Čvrstoća vezivanja na dentin

Mehaničko svojstvo materijala koje nam govori koliko maksimalno naprezanje (silu po jedinici površine) adhezivni spoj može tolerirati prije loma je čvrstoća vezivanja na dentin (19). Posljedično je i pokazatelj mikromehaničke retencije kompozitnog materijala uz površinu dentina. Budući da eksperimentalni kompozitni materijali s dodatkom fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija imaju remineralizirajući potencijal, posebno bi bili pogodni za ispune V. razreda te restauracije karijesa na korijenu čiju podlogu u najviše slučajeva čini upravo dentin. Kako bi materijali uopće mogli ostvariti svoj remineralizirajući učinak, važna je dobra retencija za dentin. Budući da su eksperimentalni kompozitni materijali s modificiranim BS-om u dosadašnjim istraživanjima pokazali zadovoljavajuću savojnu čvrstoću i modul (16), cilj ovog *in vitro* istraživanja bio je ispitati hoće li dodatak modificiranog fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija utjecati na čvrstoću veze između dentina i eksperimentalnih kompozita.

2. HIPOTEZE

Postavljene su sljedeće nul hipoteze:

- 1) Dodatak fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija neće negativno utjecati na čvrstoću vezivanja kompozitnog materijala na dentin;
- 2) Različiti težinski udjeli (10-40%) fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija neće utjecati na čvrstoću vezivanja eksperimentalnih kompozitnih materijala na dentin;
- 3) Čvrstoća vezivanja na dentin eksperimentalnih kompozitnih materijala neće se razlikovati od čvrstoće vezivanja komercijalnog referentnog kompozitnog materijala koji otpušta ione (giomer).

3. MATERIJALI I METODE

3.1. Sastav eksperimentalnih kompozitnih materijala

U svrhu istraživanja na Zavodu za endodonciju i restaurativnu stomatologiju Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu pripremljena su četiri eksperimentalna kompozitna materijala (Kontrola, F-10, F-20 i F-40) sa sastavima prikazanim u Tablici 1.

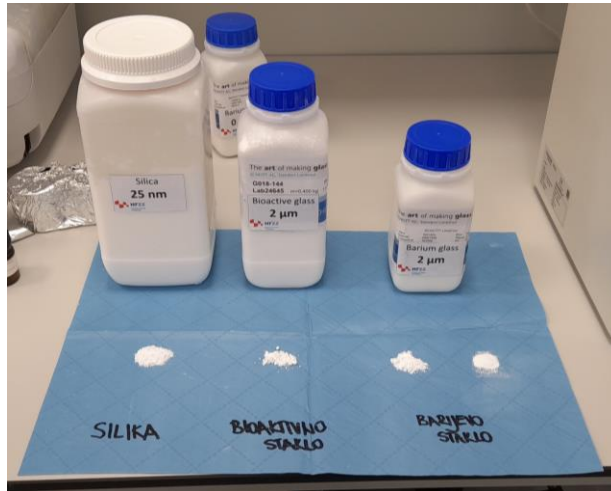
Tablica 1. Sastav eksperimentalnih kompozitnih materijala.

| Oznaka kompozitnog materijala | Fluorom obogaćeno BS sa smanjenim udjelom natrija (% težinskog udjela) | Ojačavajuća punila (barijevo staklo : silika = 2:1) | Ukupni težinski udio punila (%) |
|-------------------------------|--|---|---------------------------------|
| Kontrola | 0 | 70 | 70 |
| F-10 | 10 | 60 | 70 |
| F-20 | 20 | 50 | 70 |
| F-40 | 40 | 30 | 70 |

Kompozitni materijali sastojali su se od komercijalno dostupnih metakrilatnih smola, fotoinicijatora, ojačavajućih punila (barijevo staklo; Schott, Mainz, Njemačka i silika; Evonik, Hanau, Njemačka) i različitih udjela fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija (10 - 40%) koje je pripremljeno u suradnji sa Centrom za dentalnu medicinu Sveučilišta u Zürichu, Švicarska (15). Kontrolni kompozitni materijal sastavljen je samo od 70 % težinskog udjela ojačavajućih punila, dakle nije mu dodano BS.

Smola se sastojala od mješavine bisfenol-A-glicidil-dimetakrilata (60% težinskoga udjela) (Bis-GMA; Merck, Darmstadt, Njemačka) i trietilen-glikol-dimetakrilata (40% težinskoga udjela) (TEGDMA; Merck). Sustav fotoinicijatora su činili kamforkinon (0,2 % težinskog udjela; Alfa Aesar, Haverhill, MA, SAD) i etil-4-(dimetilamino) benzoat (0,8 % težinskog udjela; Alfa Aesar).

Fluorom obogaćeno BS sa smanjenim udjelom natrija sastavljeno je od 33,5% SiO₂, 33,0% CaO, 10,5% Na₂O, 11,0% P₂O₅ i 12,0% CaF₂ s prosječnom veličinom čestica 3 μm bez površinske silanizacije. Barijevo staklo sastavljeno je od 55,0% SiO₂, 25,0% BaO, 10,0% Al₂O₃ i 10,0% B₂O₃ s prosječnom veličinom čestica 1 μm uz silanizaciju površine od 3,2 %, a silika je sastavljena od 99,8% SiO₂ s prosječnom veličinom čestica od 5 do 50 nm i silanizaciju 4 - 6%. Makroskopski izgled čestica punila prikazuje Slika 1.



Slika 1. Punila za pripremu eksperimentalnih kompozitnih materijala.

3.2. Priprema eksperimentalnih kompozitnih materijala

Smolasta matrica je pomiješana sa sustavom fotoinicijatora u svjetlosno nepropusnoj boci pomoću magnetske miješalice do jednakomjerne konzistencije tijekom 48 sati. Masa punila je precizno izmjerena pomoću analitičke vage (MS NewClassic; Mettler Toledo, Columbus, OH, SAD) koja je prikazana na Slici 2., a zatim su svi sastojci pomiješani u dvostruko asimetričnoj centrifugalnoj miješalici (Speed Mixer TM DAC 150.1 FVZ, Hauschild, Hamm, Njemačka) tijekom 5 minuta kako bi se osigurala homogenost (Slika 3.). Tako pripremljeni kompozitni materijali bili su spremni za izradu uzoraka.



Slika 2. Analitička vaga.



Slika 3. Centrifugalna miješalica.

3.3. Priprema dentinskog supstrata za vezivanje kompozitnih materijala

Sakupljeno je 35 intaktnih gornjih i donjih humanih umnjaka. Uporabu biološkog materijala u istraživačke svrhe odobrilo je Etičko povjerenstvo Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu, br. 05-PA-30-16-3/2023. Odmah nakon vađenja, zubi su bili pohranjeni u vodenoj otopini kloramina-T (1%) na sobnoj temperaturi sve do njihove obrade. Obrada je počela rezanjem umnjaka u okluzalnoj ravnini iznad rogova pulpne komore preciznom dijamantnom rezalicom IsoMet 1000 (Buehler, Illinois, SAD) (Slika 4.). Cilj rezanja bio je pripremiti površinu dentina dostatnu za smještanje cilindričnog uzorka s bazom promjera 3,1 mm, stoga su veći zubi dodatno prerezani na pola (Slika 5.), a cijelo vrijeme tijekom i nakon obrade pohranjeni su u destiliranoj vodi.



Slika 4. Rezanje zuba preciznom dijamantnom rezalicom. Oštrica je postavljena paralelno s okluzalnom plohom.



Slika 5. Presjek zuba.

Dentinski supstrati su nakon sušenja papirnatim ubrusom zalijepljeni na ljepljivu krep traku na glatkoj staklenoj podlozi. Bakreni cilindrični kalupi unutarnjeg promjera od 26 mm postavljeni su tako da su se supstrati nalazili u njihovoj sredini, a zatim su ispunjeni metalografskim kemijsko-polimerizirajućim akrilatom (Technovit 4021, Kulzer GmbH, Hanau, Njemačka) (Slika 6.). Nakon stvrdnjavanja akrilata, supstrati su ispolirani brusnim papirom hrapavosti P600 kako bi se simulirao zaostadni sloj (Slika 7.) i pohranjeni su u destiliranoj vodi. Ukupno je pripremljeno 90 dentinskih supstrata, odnosno od svakog zuba dobiveno je u prosjeku 2,6 supstrata.



Slika 6. Uklapanje uzoraka u kemijsko-polimerizirajući akrilat.



Slika 7. Poliranje dentinskog supstrata uklopljenog u akrilat.

3.4. Aplikacija adhezijskog sustava i eksperimentalnih kompozitnih materijala

Uz pripremljene eksperimentalne kompozitne materijale, kao referenca je odabran komercijalni kompozitni materijal s mogućnošću otpuštanja fluoridnih iona, tzv. giomer (Beautifil II, nijansa A2; Shofu, Kyoto, Japan) (Slika 8.).

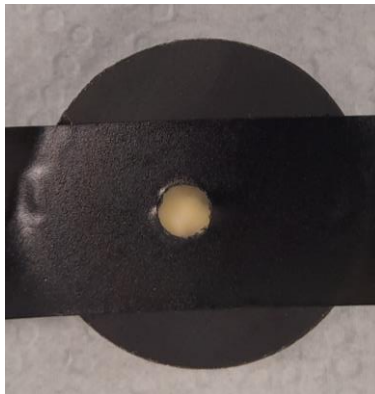


Slika 8. Kompozitni materijali rabljeni za izradu uzoraka.

Dentinski supstrati osušeni su mlazom zraka (Slika 9.a) i područje dentina namijenjeno vezanju kompozitnog uzorka ograničeno je ljepljivom trakom s otvorom promjera 4,5 mm (Slika 9.b). Na to područje nanesen je univerzalni adhezijski sustav (Scotchbond Universal, 3M ESPE, Njemačka) prema uputama proizvođača. Adhezijski sustav je nanesen na blago osušeni dentin 20 s, zatim ispuhan mlazom zraka tijekom 5 s i na kraju svjetlosno polimeriziran uređajem Bluephase PowerCure (Ivoclar Vivadent, Schaan, Lihtenštajn) tijekom 10 s intenzitetom od 1050 mW/cm² (Slika 9.c, 9.d i 9.e). Nopolimerizirani kompozitni materijali su pomoću silikonskog kalupa unutarnjeg promjera od 3,1 mm nanesen na polimerizirani adhezijski sustav u dva sloja debljine od 1,5 mm (Slika 9.f), s time da je svaki sloj zasebno osvjetljen 20 s polimerizacijskim uređajem Bluephase PowerCure (Slika 9.g) intenzitetom od 1050 mW/cm² te još dodatno 10 s nakon skidanja kalupa. Svaki uzorak označen je pripadajućim brojem (Slika 9.h). Za svaki kompozitni materijal pripremljeno je 18 uzoraka (n = 18 po eksperimentalnoj skupini).



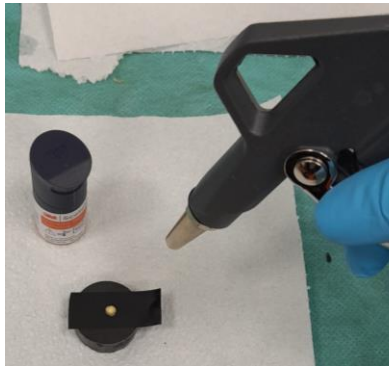
a



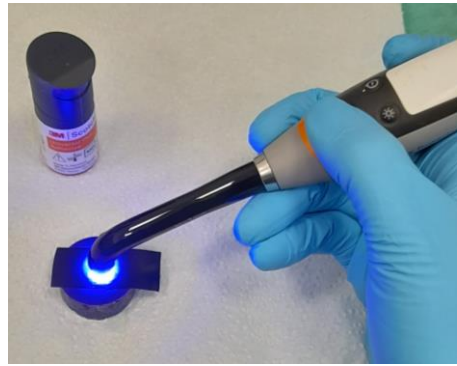
b



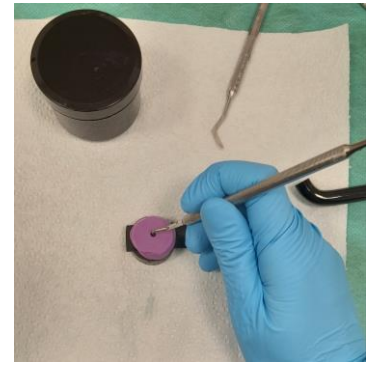
c



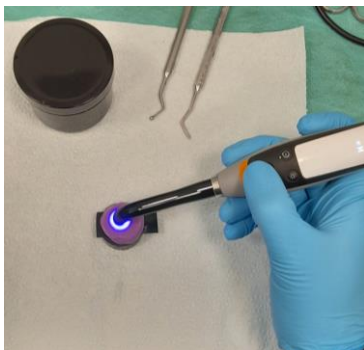
d



e



f



g



h

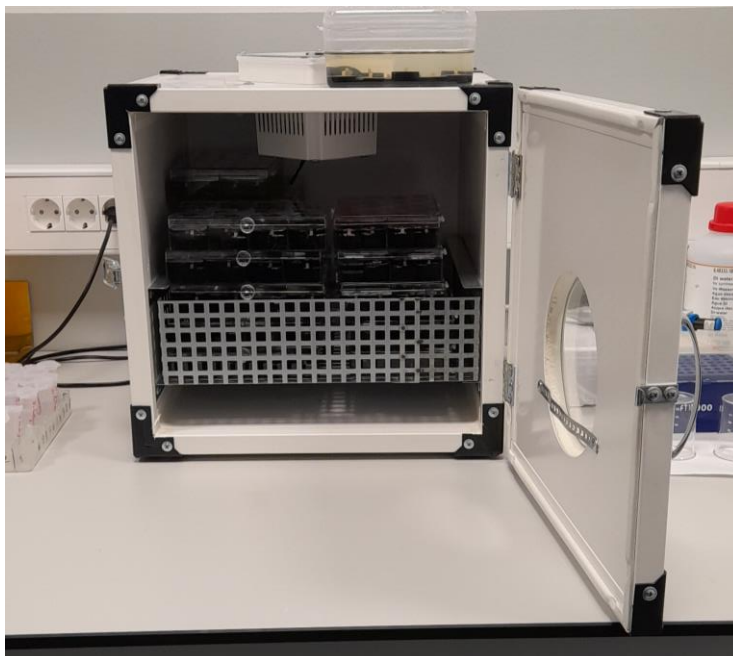
Slika 9. Adhezijski postupak za pripremu uzoraka. Osušeni dentinski supstrat (a), ljepljivom trakom ograničeno područje za nanošenje adhezijskog sustava (b), nanošenje adhezijskog sustava (c), ispuhivanje adhezijskog sustava (d), polimerizacija adhezijskog sustava (e), nanošenje kompozitnog materijala u cilindrični silikonski kalup (f), polimerizacija kompozitnog materijala (g), gotov uzorak koji se sastoji od kompozitnog cilindra vezanog uz dentinski supstrat označenog pripadajućim brojem (h).

3.5. Pohrana uzoraka

Uzorci su pohranjeni u plastičnim posudama u destiliranoj vodi u inkubatoru na 37 °C tijekom 30 dana (Slika 10., 11.). U destiliranu vodu je dodan pripravkom antibiotik-antimikotik HLT-20 (Sigma Aldrich, St. Louis, Missouri, SAD) u razrjeđenju od 1:100 kako bi se spriječio rast bakterija i moguća degradacija hibridnog sloja.



Slika 10. Uzorci pohranjeni u plastičnim posudama.



Slika 11. Uzorci pohranjeni u inkubatoru.

3.6. Mjerenje smične čvrstoće vezivanja na dentin

Uzorci su opterećeni do točke loma veze pomoću univerzalnog uređaja za testiranje mehaničkih svojstva (Inspekt Duo 5kN-M; Hegewald & Peschke, Nossen, Njemačka) kojega prikazuje Slika 12., s brzinom glave od 1 mm/min. Položaj uzorka u uređaju prikazuje Slika 13.



Slika 12. Univerzalni uređaj za testiranje mehaničkih svojstva.



Slika 13. Položaj uzorka tijekom mjerenja čvrstoće vezivanja.

3.7. Statistička analiza

Normalnost distribucije ispitana je pomoću Shapiro-Wilkovog testa. Značajno odstupanje od normalnosti opaženo je samo za jedan od pet ispitanih materijala (F-10). Unatoč formalnom odstupanju od normalne distribucije u spomenutoj skupini, usporedbe među materijalima provedene su parametrijski, s obzirom na robusnost jednosmjerne ANOVA-e u slučaju balansiranog dizajna ($n = 18$ u svakoj od skupina). Normalni Q-Q dijagrami i histogrami također su potvrdili prikladnost primjene jednosmjerne ANOVA-e, unatoč formalnim odstupanjima od normalne distribucije. Za višestruke usporedbe odabrana je Tukey prilagodba. Rezultat parametrijskih usporedbi dodatno je potvrđen primjenom neparametrijskog ekvivalenta ANOVA-e, odnosno Kruskal-Wallis testa. Statistička analiza provedena je pomoću softverskog paketa SPSS, verzija 25.0 (IBM, Armonk, NY, SAD) uz razinu značajnosti od 0,05.

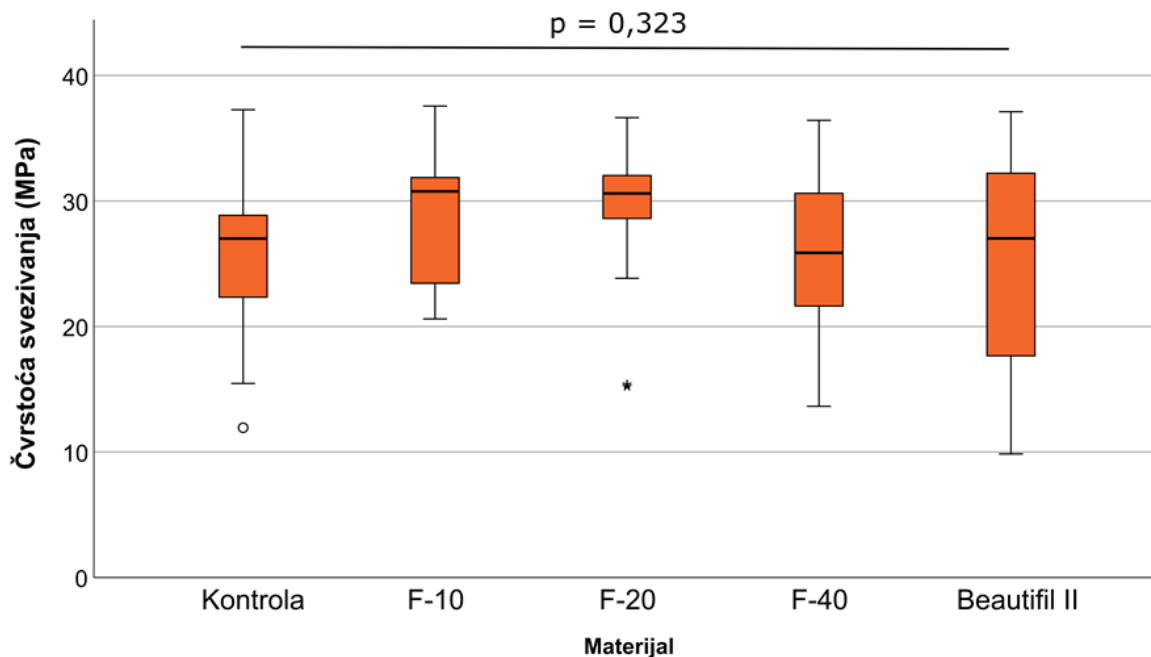
Analiza pouzdanosti prema Weibullu provedena je iscrtavanjem funkcije $\ln \ln [1/(1-P_f)] = m (\ln \sigma - \ln \sigma \theta)$ sljedećim parametrima: P_f = vjerojatnost loma, m = Weibullov modul σ = čvrstoća pri lomu i $\sigma \theta$ = karakteristična čvrstoća. Weibullov modul u toj funkciji predstavlja koeficijent smjera pravca i opisuje oblik Weibullove distribucije te se interpretira kao mjera pouzdanosti materijala. Analiza pouzdanosti provedena je pomoću softverskog paketa OriginPro, verzija 9.1 (OriginLab, Northampton, MS, SAD).

4. REZULTATI

U Tablici 2. prikazana je deskriptivna statistika za snagu vezivanja pojedinih kompozitnih materijala, a na Slici 14. prikazane su iste vrijednosti pomoću okvirnog dijagrama (engl. *boxplot*) kako bi se lakše vizualizirale distribucije podataka. Srednje vrijednosti čvrstoće vezivanja kretale su se u rasponu od 25,6-29,3 MPa. Usporedbom vrijednosti čvrstoće vezivanja kompozitnih materijala na dentin nije opažena statistički značajna razlika ($p = 0,323$). Također, čvrstoća vezivanja na dentin eksperimentalnih kompozitnih materijala nije se statistički značajno razlikovala od čvrstoće vezivanja komercijalnog referentnog kompozitnog materijala koji otpušta ione, tzv. giomera ($p = 0,471 - 0,998$) kao ni od kontrolnog materijala koji sadrži samo ojačavajuća punila ($p = 0,644 - 0,804$).

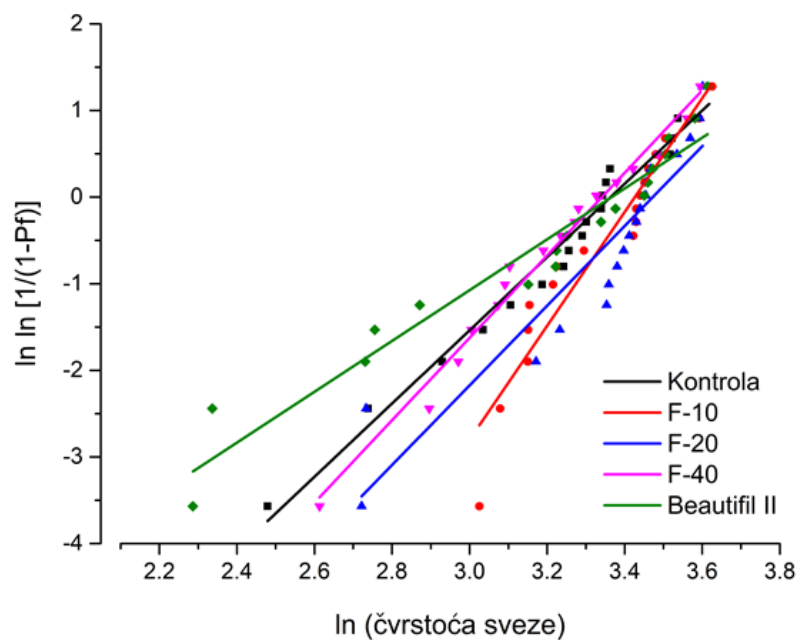
Tablica 2. Deskriptivna statistika za čvrstoću vezivanja.

| | | |
|---------------------|-----------------------|-------|
| Kontrola | Aritmetička sredina | 26,23 |
| | Medijan | 27,00 |
| | Standardna devijacija | 6,64 |
| | Minimum | 11,93 |
| | Maksimum | 37,27 |
| | Interkvartilni raspon | 8,13 |
| F-10 | Aritmetička sredina | 28,67 |
| | Medijan | 30,76 |
| | Standardna devijacija | 5,08 |
| | Minimum | 20,60 |
| | Maksimum | 37,56 |
| | Interkvartilni raspon | 8,60 |
| F-20 | Aritmetička sredina | 29,28 |
| | Medijan | 30,60 |
| | Standardna devijacija | 6,10 |
| | Minimum | 15,21 |
| | Maksimum | 36,64 |
| | Interkvartilni raspon | 4,80 |
| F-40 | Aritmetička sredina | 25,88 |
| | Medijan | 25,88 |
| | Standardna devijacija | 6,32 |
| | Minimum | 13,64 |
| | Maksimum | 36,42 |
| | Interkvartilni raspon | 9,87 |
| Beautiful II | Aritmetička sredina | 25,63 |
| | Medijan | 27,02 |
| | Standardna devijacija | 8,58 |
| | Minimum | 9,84 |
| | Maksimum | 37,11 |
| | Interkvartilni raspon | 15,30 |

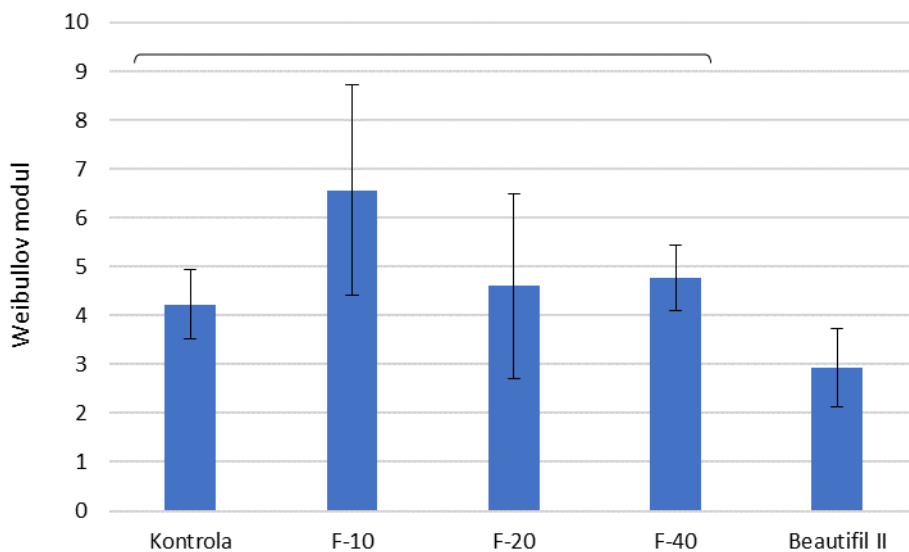


Slika 14. Čvrstoća vezivanja prikazana pomoću okvirnog dijagrama (engl. *boxplot*). Okviri predstavljaju 25% i 75% kvartile, crne linije unutar okvira predstavljaju medijane, a gornje i donje horizontalne linije predstavljaju 1,5 x interkvartilni raspon. Odstupajuće vrijednosti prikazane su kružićima, a ekstremne odstupajuće vrijednosti zvjezdicama. Horizontalna linija iznad okvira pokriva vrijednosti koje se nisu statistički značajno razlikovale.

Weibullov grafikon kao rezultat analize pouzdanosti prikazan je na Slici 15. Opažaju se veći nagibi pravaca eksperimentalnih kompozitnih materijala (Kontrola, F-10, F-20 i F-40) nego komercijalnog referentnog materijala Beautifil II. Procijenjene srednje vrijednosti Weibullovog modula i intervali pouzdanosti prikazani su na Slici 16. Svi eksperimentalni kompozitni materijali pokazali su statistički slične pouzdanosti, dok je pouzdanost referentnog materijala Beautifil II bila značajno niža u usporedbi s kontrolnim eksperimentalnim kompozitom i materijalom F-40. Zbog razmjerno širokih intervala pouzdanosti za vrijednosti Weibullovog modula, druge statistički značajne razlike nisu opažene.

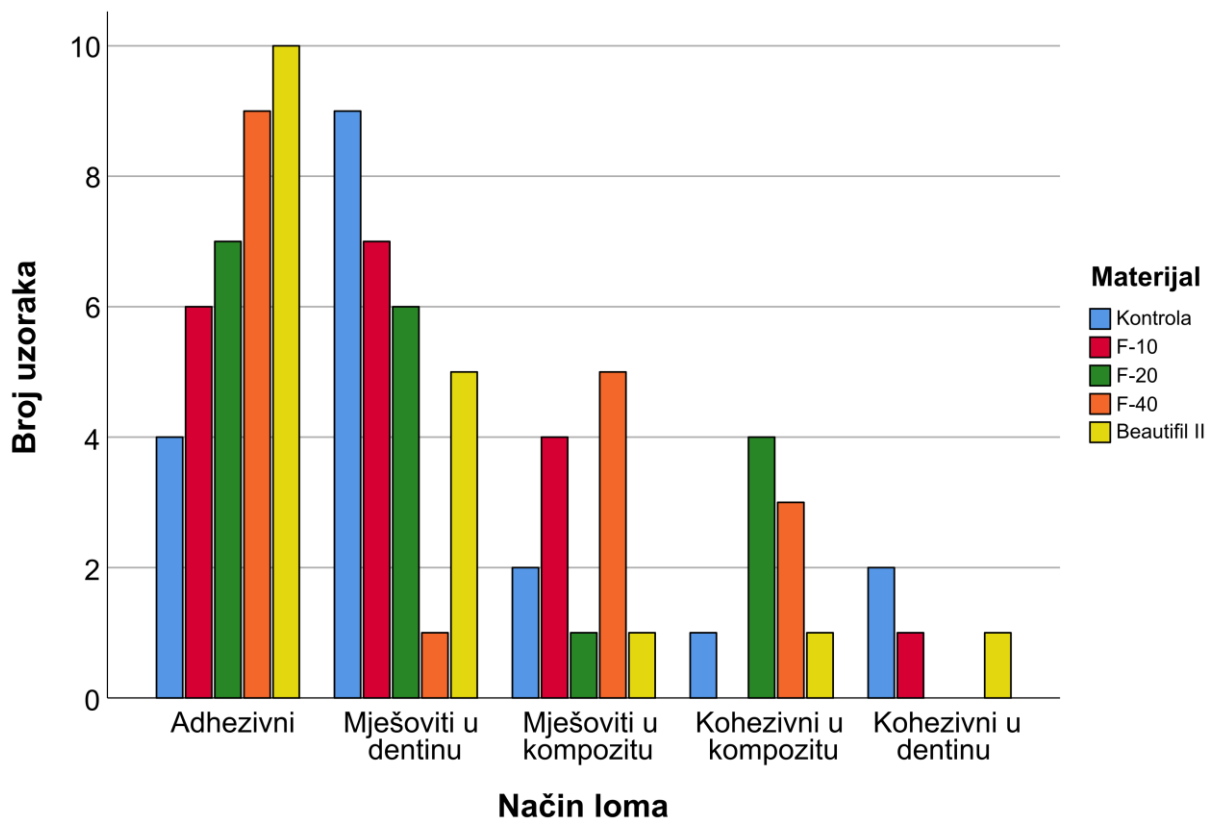


Slika 15. Weibull grafikoni u kojima nagib pravca (Weibullov modul) predstavlja mjeru pouzdanosti materijala.



Slika 16. Vrijednosti Weibullovog modula. Stupci pogreške prikazuju 95% intervale pouzdanosti. Uglata zagrada iznad stupaca obuhvaća vrijednosti koje se nisu statistički značajno razlikovale prema kriteriju nepreklapanja 95%-ih intervala pouzdanosti.

Grafički prikaz načina loma pojedinog kompozitnog materijala prikazuje Slika 19. Najčešći tipovi lomova bili su mješoviti (n=41, odnosno 46% od ukupno 90 uzoraka) i adhezivni (n=36, odnosno 40%). Manji je bio broj kohezivnih lomova (n=13, odnosno 14%). Od toga je dvostruko više kohezivnih lomova bilo u kompozitnom materijalu (n=9, odnosno 10%) nego u dentinu (n=4, odnosno 4%).



Slika 17. Grafički prikaz načina loma pojedinog kompozitnog materijala.

5. RASPRAVA

Ovo istraživanje pokazalo je da dodatak fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija nije imalo negativnog utjecaja na čvrstoću vezivanja kompozitnog materijala na dentin. Također se pokazalo da na čvrstoću vezivanja eksperimentalnih kompozita na dentin nije utjecao različit težinski udio (10 - 40%) fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija niti se njihova čvrstoća vezivanja razlikovala od čvrstoće vezivanja komercijalnog referentnog kompozitnog materijala koji otpušta ione (giomer). Stoga nije bilo temelja za odbacivanje nul hipoteza (20).

U prethodnom istraživanju (16) pokazano je da savojna čvrstoća (otpornost materijala na djelovanje sile) i savojni modul (mjera elastičnosti materijala pod djelovanjem sile) kod eksperimentalnih kompozitnih materijala ovise o udjelu BS-a, vrsti BS-a i starenju materijala. U tom su istraživanju također kompozitni materijali koji sadrže fluorom obogaćeno BS sa smanjenim udjelom natrija u svim težinskim udjelima (10 - 40%) pokazali bolja mehanička svojstva u usporedbi sa kompozitnim materijalima koji sadrže reaktivnije konvencionalno BS 45S5. Razlog povećane stabilnosti kompozitnih materijala je promijenjena struktura BS-a smanjenjem udjela natrija, što je rezultiralo manjom topljivošću i smanjenom poroznošću budući da je otpuštanje natrijevih iona reakcija koja je prva u nizu prema konvencionalnom modelu otapanja BS-a (21). Navedene promjene dovele su do trostrukog povećanja savojne čvrstoće u usporedbi s kompozitnim materijalima koji su sadržavali iste udjele BS 45S5, a savojni modul bio je čak peterostruko veći (16). Također je pokazano da se povećanjem udjela BS-a vrijednosti savojne čvrstoće i savojnog modula smanjuju, ali to svojstvo je bilo znatno manje izraženo kod kompozitnih materijala s dodatkom fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija nego kod kompozitnih materijala s konvencionalnim BS 45S5. Vjerojatni razlog je nemogućnost ostvarivanja kemijske veze nesiliziranih čestica BS-a s polimernom matricom (22). Što je više nesiliziranih čestica, više je mikroskopskih pora koje se u procesu otapanja ispunjavaju vodom i mehanički oslabljuju kompozitni materijal. Budući da se modificirano BS zbog smanjene količine natrija manje otapa, kompozitni materijali pokazali su manje izraženu degradaciju tijekom umjetnog starenja. Također je pokazano da umjetnim starenjem eksperimentalnih kompozitnih materijala (osim kod kompozitnog materijala F-40) savojni modul raste iako bi se zbog povećanja poroznosti materijala očekivao suprotni učinak. Međutim reakcija polimerizacije kompozitnog materijala nastavlja se zajedno sa apsorpcijom vode tako da savojni modul dugoročno gledano ne ovisi o udjelu BS-a, nego o naknadnom procesu starenja kompozitnog materijala i ravnoteži između naknadnog povezivanja monomera i stvaranja gušće polimerizacijske mreže s jedne strane, a s druge strane procesa otapanja i zamjeni iona te stvaranju mikroskopskih pora ispunjenih vodom. Stoga savojni modul predstavlja svojstvo materijala koje ovisi o direktnom fizičkom kontaktu čestica punila s polimernom mrežom, a ne o kvaliteti veze između punila i smole. Nesilizirane čestice nisu bile razlog početnom oslabljenju savojnog modula zbog kompenzacije naknadnom polimerizacijom kompozitnog materijala. Također je pokazano da izlaganje kompozitnih materijala koji sadrže BS vodenom mediju olakšava uklanjanje zaostatnih monomera iz polimerne matrice kompozitnih materijala koji uspoređuju naknadnu polimerizaciju zbog nepovoljnog položaja unutar

polimerne mreže i na taj način olakšavaju daljnje povezivanje ostalih slobodnih monomera koje doprinose stabilnosti materijala (16). S obzirom na navedena razmatranja, izgledno je da mehanička svojstva kompozitnih materijala s BS-om ovise o interakcijama mnogobrojnih složenih čimbenika čiji ukupni učinak nije moguće teorijski predvidjeti. To je motiviralo provođenje ovog istraživanja u kojem su pripremljeni eksperimentalni materijali i provedena mehanička ispitivanja kako bi se eksperimentalno ispitao ukupni učinak dodatka BS-a na čvrstoću vezivanja na dentin.

Opterećivanje uzorka u testu čvrstoće vezivanja nalikuje testiranju savojnih svojstava zbog opterećenja uzroka iz istog smjera, tj. okomito na uzorak, s time da je kod testa čvrstoće vezivanja sila koncentrirana na adhezivnu površinu i samim time ne mjeri se svojstvo samog materijala, već su rezultati usmjereni na vezu između dentina i kompozita (23 – 26). Ukoliko čvrstoća sveze premaši kohezivnu čvrstoću dentina ili kompozitnog materijala, lom uzorka će umjesto adhezijskog međuspoja biti usmjeren kroz kohezivno najslabiji materijal. Takva vrsta lomova događa se s određenom učestalošću kod smičnog (engl. *shear*) opterećenja, a smatra se nepoželjnom jer dovodi do lažno niskih vrijednosti čvrstoće vezivanja, s obzirom da stvarna čvrstoća nije bila izmjerena zbog preuranjenog kohezijskog loma dentina ili kompozita (25, 26). U ovom istraživanju kohezivnih lomova bilo je 14% od ukupnog broja uzoraka i zadovoljavajući je podatak s obzirom na mehaniku testa (26), s time da je u dentinu bilo dvostruko više navedenih lomova nego u kompozitnom materijalu. Kohezivno lomljenje kompozitnog materijala može biti posljedica defekata i mjehurića zraka nastalih tijekom pripreme uzoraka, a kohezivno lomljenje dentina može biti uzrokovano pojavom mikropukotina zbog vibracija tijekom rezanja zubi dijamantnom oštricom (26).

Adhezijski sustav nanesen je na ograničeno područje promjera 4,5 mm budući da je u prethodim istraživanjima pokazano da se nanošenjem adhezivnog sustava na veće područje od potrebnog mijenja distribucija opterećenja i posljedično negativno utječe na rezultate čvrstoće vezivanja (25). Oblik kompozitnog materijala nanesen je u cilindričnom obliku budući da to standardni oblik uzorka za testiranje čvrstoće vezivanja u smičnom načinu koji omogućuje najjednostavnije nanošenje kompozitnog materijala, najmanju koncentraciju sila na rubovima uzorka prilikom testiranja, a time i najmanje grešaka koje bi utjecale na ishod. Također mjerenjem uzoraka nakon 30 dana pohrane u vodenom mediju omogućena je naknadna polimerizacija kompozitnog materijala i relaksacija zaostatnih napetosti unutar hibridnog sloja.

Nedostatak „makro“ testa čvrstoće vezivanja s uzorcima promjera 3,1 mm je neravnomjerna raspodjela sile na spoju dentina i kompozitnog materijala (25). Najveća sila primijenjena je na područje dodira hvataljke uređaja za mjerenje i uzorka. Na tom području nastaje savojno naprezanje jer se uzorak pri testiranju elastično deformira. Također udaljenost samog spoja i hvataljke uređaja za mjerenje utječe na raspodjelu sila. Što je hvataljka bliže spoju dentina i kompozita, ravnomjernija je distribucija sila na veznu površinu, odnosno smanjeni su negativni učinci koncentracije naprezanja zbog savijanja uzorka. Stoga su hvataljke prilikom svakog testiranja postavljene u neposrednu blizinu spoja dentina i kompozitnog uzorka (24,25). Na taj je način ostvarena ravnomjernija raspodjela sila, što je rezultiralo razmjerno niskom učestalošću kohezivnih lomova od samo 14%.

S druge strane, učestalost mješovitih lomova bila je znatno veća i iznosila je 46%. Kvantitativni podaci dobiveni od uzoraka koji su slomljeni u mješovitom načinu manje su pouzdani nego podaci dobiveni od čisto adhezivnih lomova jer ne odražavaju isključivo čvrstoću adhezivnog međuspoja već su mješavina rezultata dvaju različitih materijala koja imaju različita svojstva. Bilo da pucanje dominira u dentinu ili kompozitnom materijalu, mješoviti lomovi ne daju točnu vrijednosti čvrstoće potrebne za pucanje same veze između dentina i kompozitnog materijala, već unose određenu varijabilnost i odstupanja. Takva odstupanja povećavaju heterogenost rezultata i neizbježan su nedostatak „makro“ testova čvrstoće svezivanja koji je temeljito diskutiran u literaturi (25,26). Povećanjem broja uzoraka, odnosno ponavljanja mjerenja unutar eksperimentalnih skupina, negativni učinci heterogenosti podataka mogu se umanjiti; stoga je u ovom istraživanju testirano 18 uzoraka po eksperimentalnoj skupini. Takva veličina uzorka bila je dostatna za postizanje prihvatljive varijabilnosti podataka i snage statističke analize. Naime, koeficijenti varijabilnosti (omjer standardne devijacije i aritmetičke sredine) u ovom istraživanju iznosili su 17-33% što predstavlja razmjerno niske vrijednosti u usporedbi s referentnim vrijednostima od 24-45% objavljenih u preglednom članku u kojem su kritički evaluirana ograničenja testova čvrstoće vezivanja iz ukupno 147 istraživanja (26).

Budući da rezultati čvrstoće vezivanja ovise o vjerojatnosti da se u području najvećeg naprezanja prilikom testiranja nađe defekt materijala kritične veličine, potrebni su Weibullovi grafikoni koji povezuju vjerojatnost loma s određenim opterećenjem. Weibullova analiza uključuje dva parametra, tzv. karakterističnu čvrstoću i Weibullov modul koji predstavlja mjeru pouzdanosti, odnosno varijabilnost rezultata unutar pojedine eksperimentalne skupine. Visoka varijabilnost, tj. široka Weibull distribucija označava nisku pouzdanost materijala, odnosno nepredvidivost materijala za lom u blizini srednje vrijednosti. Poželjno je postići visok modul pouzdanosti koji nam govori o manjem rasapu podataka, odnosno bolju predvidljivost materijala koja se odražava kao dosljedno pucanje u uskom intervalu vrijednosti (26,27).

Analizom Weibullovih grafikona čvrstoće svezivanja opaženi su statistički slične vrijednosti Weibullovog modula (slični nagibi pravaca) kod svih kompozitnih materijala, što pokazuje da dodatak BS u udjelima od 0 - 40% nije utjecao na pouzdanost materijala. Ovakvi rezultati u skladu su s prethodnim istraživanjem savojnih svojstava eksperimentalnih kompozita istog sastava (16) u kojem nije opažen negativni učinak dodatka modificiranog BS-a sa smanjenim udjelom natrija na pouzdanost materijala s obzirom na njihovu čvrstoću mjerenu savijanjem u tri točke.

U prethodnom istraživanju (28) pokazalo se da dodatak BS-a kompozitnim materijalima negativno utječe na snagu veze pa je iznenađujuće da u ovome istraživanju to nije bio slučaj čak i kod težinskog udjela BS-a od 40%. Međutim, u spomenutom istraživanju je primijenjeno konvencionalno BS 45S5 koje je izrazito reaktivnije od modificiranog fluorom obogaćenog BS-a sa sniženim udjelom natrija dodanog eksperimentalnim kompozitima u ovom istraživanju. Stoga se pretpostavlja da je potrebno duže vrijeme umjetnog starenja kako bi se opazio navedeni negativan učinak. U nastavku istraživanja cilj je ispitati čvrstoću vezivanja uzoraka nakon 6 i 12 mjeseci umjetnog starenja kako bi se opazilo eventualno smanjenje čvrstoće vezivanja povećanjem težinskog udjela fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija.

6. ZAKLJUČAK

Na temelju rezultata ovog *in vitro* istraživanja eksperimentalnih remineralizirajućih kompozitnih materijala može se zaključiti sljedeće:

1. Dodatak fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija nije negativno utjecao na čvrstoću vezivanja kompozitnog materijala na dentin;
2. Različiti težinski udjeli (10-40%) fluorom obogaćenog BS-a sa smanjenim udjelom natrija nisu utjecali na čvrstoću vezivanja eksperimentalnih kompozitnih materijala na dentin;
3. Čvrstoća vezivanja na dentin eksperimentalnih kompozitnih materijala nije se razlikovala od čvrstoće vezivanja komercijalnog referentnog kompozitnog materijala koji otpušta ione (giomer).

S obzirom na izrazito povoljne rezultate čvrstoće vezivanja, a u kontekstu povoljnih mehaničkih i remineralizirajućih karakteristika ispitanih u prethodnim istraživanjima, fluorom obogaćeno BS sa smanjenim udjelom natrija predstavlja obećavajuće funkcionalno punilo za remineralizirajuće kompozitne materijale kojima je konačni cilj smanjenje pojavnosti sekundarnog karijesa.

7. ZAHVALA

Zahvaljujem se mojem mentoru dr.sc. Mateju Paru na statističkoj analizi i grafičkom prikazu rezultata. Također mu se zahvaljujem na beskrajnom strpljenju, uvijek dobrom raspoloženju, brojnim životnim i stručnim savjetima te velikom prenesenom znanju i vještinama.

8. POPIS LITERATURE

1. German MJ. Developments in resin-based composites. *Br Dent J.* 2022;232(9):638–43.
2. Gallo M, Abouelleil H, Chenal JM, Adrien J, Lachambre J, Colon P, et al. Polymerization shrinkage of resin-based composites for dental restorations: A digital volume correlation study. *Dent Mater.* 2019;35(11):1654–64.
3. Zotti F, Falavigna E, Capocasale G, De Santis D, Albanese M. Microleakage of direct restorations- comparison between bulk-fill and traditional composite resins: Systematic review and meta-analysis. *Eur J Dent.* 2021;15(4):755–67.
4. Askar H, Krois J, Göstemeyer G, Schwendicke F. Secondary caries risk of different adhesive strategies and restorative materials in permanent teeth: Systematic review and network meta-analysis. *J Dent.* 2021;104:103541.
5. Skallevoid HE, Rokaya D, Khurshid Z, Zafar MS. Bioactive glass applications in dentistry. *Int J Mol Sci.* 2019;20(23):5960.
6. Par M, Mohn D, Attin T, Tarle Z, Tauböck TT. Polymerization shrinkage behaviour of resin composites functionalized with unsilanized bioactive glass fillers. *Sci Rep.* 2020;10(1):15237.
7. Hill RG, Brauer DS. Predicting the bioactivity of glasses using the network connectivity or split network models. *J Non-Cryst Solids.* 2011;357(24):3884–7.
8. Sonatkar J, Kandasubramanian B. Bioactive glass with biocompatible polymers for bone applications. *Eur Polym J.* 2021;160:110801.
9. Jones JR. Reprint of: Review of bioactive glass: From hench to hybrids. *Acta Biomater.* 2015;23 Suppl:S53-82.
10. Al-Eesa NA, Wong FSL, Johal A, Hill RG. Fluoride containing bioactive glass composite for orthodontic adhesives - ion release properties. *Dent Mater.* 2017;33(11):1324–9.
11. Odermatt R, Par M, Mohn D, Wiedemeier DB, Attin T, Tauböck TT. Bioactivity and physico-chemical properties of dental composites functionalized with nano-vs. micro-sized bioactive glass. *J Clin Med.* 2020;9(3):772.
12. Tezvergil-Mutluay A, Seseogullari-Dirihan R, Feitosa VP, Cama G, Brauer DS, Sauro S. Effects of composites containing bioactive glasses on demineralized dentin. *J Dent Res.* 2017;96(9):999–1005.

13. Al-Eesa NA, Johal A, Hill RG, Wong FSL. Fluoride containing bioactive glass composite for orthodontic adhesives - Apatite formation properties. *Dent Mater.* 2018;34(8):1127–33.
14. Par M, Tarle Z, Hickel R, Ilie N. Mechanical properties of experimental composites containing bioactive glass after artificial aging in water and ethanol. *Clin Oral Investig.* 2019;23(6):2733–41.
15. Par M, Attin T, Tarle Z, Tauböck T. A new customized bioactive glass filler to functionalize resin composites: Acid-neutralizing capability, degree of conversion, and apatite precipitation. *J Clin Med.* 2020;9:1173.
16. Par M, Plančak L, Ratkovski L, Tauböck T, Marović D, Attin T, et al. Improved flexural properties of experimental resin composites functionalized with a customized low-sodium bioactive glass. *Polymers.* 2022;14:4289.
17. Par M, Gubler A, Attin T, Tarle Z, Tarle A, Tauböck TT. Experimental bioactive glass-containing composites and commercial restorative materials: Anti-demineralizing protection of dentin. *Biomedicines.* 2021;9(11).
18. Par M, Gubler A, Attin T, Tarle Z, Tauböck TT. Anti-demineralizing protective effects on enamel identified in experimental and commercial restorative materials with functional fillers. *Sci Rep.* 2021;11(1):11806.
19. Triani F, Pereira da Silva L, Ferreira Lemos B, Domingues J, Teixeira L, Manarte-Monteiro P. Universal adhesives: Evaluation of the relationship between bond strength and application strategies—A systematic review and meta-analyses. *Coatings.* 2022;12(10):1501.
20. Parkhurst DF. Statistical significance tests: Equivalence and reverse tests should reduce misinterpretation: Equivalence tests improve the logic of significance testing when demonstrating similarity is important, and reverse tests can help show that failure to reject a null hypothesis does not support that hypothesis. *BioScience.* 2001;51(12):1051–7.
21. Tiskaya M, Shahid S, Gillam D, Hill R. The use of bioactive glass (BAG) in dental composites: A critical review. *Dent Mater.* 2021;37(2):296–310.
22. Aydınoglu A, Yoruç ABH. Effects of silane-modified fillers on properties of dental composite resin. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2017;79:382–9.
23. Tsujimoto A, Barkmeier WW, Teixeira EC, Takamizawa T, Miyazaki M, Latta MA. Fatigue bond strength of dental adhesive systems: Historical background of test methodology, clinical considerations and future perspectives. *Jpn Dent Sci Rev.* 2022;58:193–207.

24. Barkmeier WW, Tsujimoto A, Latta MA, Takamizawa T, Radniecki SM, Garcia-Godoy F. Effect of mold enclosure and chisel design on fatigue bond strength of dental adhesive systems. *Eur J Oral Sci.* 2022;130(3):e12864.
25. Braga RR, Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of “macro” test methods. *Dent Mater.* 2010;26(2):e38-49.
26. Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater.* 2010;26(2):e78-93.
27. Quinn JB, Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater.* 2010;26(2):135–47.
28. Par M, Tarle Z, Hickel R, Ilie N. Dentin bond strength of experimental composites containing bioactive glass: Changes during aging for up to 1 year. *J Adhes Dent.* 2018;20(4):325–34.

9. SAŽETAK

Ksenija Dukarić

ISTRAŽIVANJE ČVRSTOĆE VEZIVANJA NA DENTIN EKSPERIMENTALNIH KOMPOZITNIH MATERIJALA FUNKCIONALIZIRANIH DODATKOM FLUOROM OBOGAĆENOG BIOAKTIVNOG STAKLA SA SMANJENIM UDJELOM NATRIJA

UVOD: Polimerizacijska kontrakcija svojstvo je svih kompozitnih materijala zbog smanjena volumena organske matrice povezivanjem monomera u polimernu mrežu tijekom procesa polimerizacije. Moguća posljedica je nastanak marginalne pukotine i sekundarnog karijesa. Dodatkom bioaktivnog stakla (BS) može se postići remineralizacijski učinak i smanjiti pojavnost sekundarnog karijesa. Cilj ovog *in vitro* istraživanja bio je ispitati hoće li dodatak različitog težinskog udjela fluorom obogaćenog BS sa smanjenim udjelom natrija utjecati na čvrstoću veze između dentina i eksperimentalnih kompozita.

MATERIJALI I METODE: Eksperimentalni kompozitni materijali pripremljeni su od posebno pripremljenog fluorom obogaćenog BS sa smanjenim udjelom natrija te komercijalno dostupnih staklenih punila, metakrilatnih monomera i fotoinicijatora. Pripremljeni eksperimentalni kompozitni materijali s težinskim udjelima BS od 10-40% i ukupnim udjelom punila od 70%, kao i jedan kontrolni materijal bez dodatka BS i jedan komercijalni materijal s mogućnošću otpuštanja fluoridnih iona nanoseni su na površinu dentina koja je prethodno pripremljena nanošenjem univerzalnog adhezijskog sustava u silikonski cilindar unutarnjeg promjera od 3,1 mm i svjetlosno polimerizirani. Pripremljeno je ukupno 90 uzoraka, odnosno 18 uzoraka po materijalu. Nakon 30 dana pohrane u vodenom mediju na tjelesnoj temperaturi izmjerena je čvrstoća vezivanja pomoću univerzalnog uređaja za testiranje mehaničkih svojstva. Analizirana je vrsta lomova između spoja dentina i kompozitnog materijala te sila koja je bila potrebna za lomljenje. Pouzdanost adhezijskog spoja ispitana je Weibull analizom.

REZULTATI: Srednje vrijednosti čvrstoće vezivanja na dentin kretale su se u rasponu od 25,6 - 29,3 MPa i nisu se statistički razlikovale među eksperimentalnim materijalima s različitim težinskim udjelima BS (10 - 40%). Također, čvrstoća vezivanja eksperimentalnih kompozitnih materijala s dodatkom BS nije se razlikovala od čvrstoće vezivanja komercijalnog referentnog kompozitnog materijala („giomera“) koji otpušta ione (25,6 MPa) kao ni od kontrolnog materijala koji je sadržavao samo ojačavajuća punila (26,2 MPa). Najčešći tipovi pucanja bili su mješoviti (n = 41) i adhezivni (n = 36) dok je kohezivnih pucanja bilo samo 14% od ukupnog broja uzoraka (n = 13). Weibull analiza pokazala je statistički slične pouzdanosti za sve eksperimentalne materijale, dok je pouzdanost referentnog komercijalnog materijala bila značajno niža u usporedbi s kontrolnim eksperimentalnim kompozitom i materijalom s 40% BS.

ZAKLJUČAK: Fluorom obogaćeno BS sa smanjenim udjelom natrija nije smanjilo čvrstoću vezivanja za dentin i stoga predstavlja obećavajuće funkcionalno punilo remineralizirajućih kompozitnih materijala.

KLJUČNE RIJEČI: polimerizacijska kontrakcija; marginalna pukotina; sekundarni karijes; bioaktivno staklo; čvrstoća vezivanja.

10. SUMMARY

Ksenija Dukarić

DENTIN BOND STRENGTH OF EXPERIMENTAL COMPOSITE MATERIALS FUNCTIONALIZED BY THE ADDITION OF FLUORINE-ENRICHED BIOACTIVE GLASS WITH REDUCED SODIUM CONTENT

INTRODUCTION: Polymerization shrinkage is a property of all composite materials due to the volume reduction of the organic matrix by linking monomers into the polymer network during the polymerization reaction. A possible consequence is the formation of marginal discontinuities and secondary caries. By adding bioactive glass (BG), one can achieve a remineralizing effect and reduce the incidence of secondary caries. The aim of this *in vitro* study was to examine whether the addition of different weight ratios of fluorine-enriched BG with a reduced sodium content would affect the bond strength between dentin and experimental composites.

MATERIALS AND METHODS: Experimental composite materials were made from custom-made fluorine-enriched BG with reduced sodium content and commercially available glass fillers, methacrylate monomers and photoinitiators. Experimental composite materials with BG weight ratios of 10 – 40% and a total filler load of 70%, as well as one control material without BG and one commercial material with the ability to release fluoride ions were applied to the dentin surface which was previously treated with a universal adhesive system. The composite was placed using a silicone cylinder with an internal diameter of 3.1 mm and light-cured. A total of 90 samples were prepared, resulting in 18 samples per material. After 30 days of storage in an aqueous medium at body temperature, the bond strength was measured using a universal testing machine. Failure modes at the dentin/composite interface, as well as the force required for failure were analyzed. The reliability of the adhesive interface was evaluated by Weibull analysis.

RESULTS: The average values of the dentin bond strength amounted to 25.6 – 29.3 MPa and were not statistically different among the experimental materials with different BG weight ratios (10-40%). Also, the bond strength of the experimental composite materials with BG did not differ from the bond strength of the commercial reference composite material ("giomer") that releases ions (25.6 MPa) nor from the control material containing only reinforcing fillers (26.2 MPa). The most common failure modes were mixed (n=41) and adhesive (n=36), while cohesive failures amounted to only 14% of the total number of samples (n=13). Weibull analysis showed statistically similar reliabilities for all experimental materials, while the reliability of the reference commercial material was significantly lower compared to the control experimental composite and the material with 40% BG.

CONCLUSION: Fluoride-enriched BG with reduced sodium content did not diminish the bond strength to dentin and therefore represents a promising functional filler for remineralizing composite materials.

KEYWORDS: polymerization shrinkage; marginal gap; secondary caries; bioactive glass; bond strength.