

# Vliv povrchové úpravy kompozitní výplně na dlouhodobou životnost vazby při její opravě

(Původní práce – experimentální studie)

## The Effect of Surface Treatment on Composite Repair Bond Strength Longevity

(Original Article – Experimental Study)

Comba L., Bradna P., Dudek M., Fialová V., Dušková J., Houšová D.

Ústav klinické a experimentální stomatologie 1. LF UK a VFN, Praha

### SOUHRN

**Úvod:** Kompozitní výplně podléhají v prostředí ústní dutiny degradaci, jejímž výsledkem může být zbarvení okrajového uzávěru výplně, abraze povrchu výplně či frakturna části výplně. Jednou z možností ošetření takto poškozených výplní je jejich oprava bez nutnosti celkové výměny, která může být spojená s další ztrátou tvrdých zubních tkání.

**Cíl:** Cílem práce bylo ověřit dlouhodobou odolnost vazby nového kompozitu k původnímu kompozitu po čtyřměsíční expozici v destilované vodě a v roztoku tenzidu laurylsulfátu sodného (SLS) jako modelových degradačních prostředí. Testovány byly dva způsoby úpravy povrchu původního kompozitu a dva typické adhezivní systémy.

**Materiály a metodika:** Pro měření byly použity substráty připravené z mikrohybridního kompozitu Filtek Z250 (A2), exponované po dobu pěti měsíců při 37 °C v destilované vodě. Po tomto umělém stárnutí byl jejich povrch preparován brusným papírem (P 320-ekvivalent červeného diamantovaného brousku) nebo air abrazí (Rondoflex; částice Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 50 µm; 3,2 bar; 60 s). Následně byly s použitím adhezivních systémů Optibond FL nebo Gluma Comfort Bond dobudovány kompozitní dostavby. Měření pevnosti vazby v mikrotahu bylo uskutečněno po čtyřměsíční expozici vzorků při 37 °C v destilované vodě nebo v 1,5% roztoku SLS, obsaženém v zubních pastách. Kontrolní skupinu tvořily vzorky exponované 24 hodin v destilované vodě.

**Výsledky:** Na povrchu preparovaném broušením došlo po čtyřměsíční expozici ve vodě a 1,5% roztoku SLS k poklesu pevnosti vazby v porovnání s 24hodinovou expozicí v destilované vodě. Míra tohoto poklesu závisela na adhezivním systému. Zatímco u systému Optibond FL byl pozorován pokles o 52 % pouze v prostředí SLS ( $p < 0,001$ ), u systému Gluma Comfort Bond byl pozorován pokles o 45 % v destilované vodě ( $p < 0,001$ ) a o 61 % v prostředí SLS ( $p < 0,001$ ). Naproti tomu na povrchu preparovaném air abrazí byl po čtyřměsíční expozici nalezen signifikantní pokles pevnosti vazby pouze pro systém Optibond FL po expozici v prostředí SLS o 31 % ( $p < 0,01$ ).

**Závěr:** Dlouhodobá životnost opravované kompozitní výplně může být zajištěna především preparací povrchu původního kompozitu air abrazí. Vliv typu adhezivního systému použitého k opravě byl nevýznamný.

**Klíčová slova:** pevnost vazby – adheze – oprava kompozitu – laurylsulfát sodný – air abraze

### SUMMARY

**Introduction:** Composite restorations undergo degradation in the oral cavity, which may compromise their aesthetic and functional properties, cause failure of marginal integrity, increased abrasion or even partial fracture of the filling. Instead of complete removal of such restorations, they can be repaired.

**Aim:** To study the bond strength of a new composite resin to an aged composite substrate af-

ter a 4-month storage in distilled water or sodium laurylsulphate solution (SLS). Two various surface treatments and two different adhesive systems were tested.

**Materials and methods:** Light cured specimens of a micro-hybrid composite (Filtek Z250, shade A2) were aged in distilled water (37 °C) for 5 months. Composite surface was prepared either by grinding (SiC paper P320, mean grain size 46 µm, equivalent to red diamond bur) or by air abrasion (Rondoflex; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 50 µm; 3.2 bar; 60 s). Composite build-ups were made from the same composite material using two adhesive systems (Optibond FL, Gluma Comfort Bond). The micro-tensile bond strength ( $n = 13\text{--}16$ ) was measured after a 4-month storage of specimens at 37 °C in distilled water or in a solution of sodium lauryl sulfate (1.5 wt. %). Control specimens were stored in distilled water for 24 hours (37 °C).

**Results:** A decrease of the bond strength compared to the control group on the ground surface after the 4-month storage in distilled water or SLS was found to be adhesive system-dependent. The bond strength for Optibond FL decreased by 52% in SLS only ( $p < 0.001$ ), but for Gluma Comfort Bond it decreased by 45% in distilled water ( $p < 0.001$ ) and by 61% in SLS ( $p < 0.001$ ). On the air-abraded surface the bond strength decreased only for Optibond FL in SLS ( $p < 0.01$ ), by 31%.

**Conclusion:** Long-term durability of composite repair can be maintained by preparing the original composite surface using air abrasion. The effect of the adhesive system on the bond strength was not significant.

**Key words:** bond strength – adhesion – composite repair – sodium laurylsulphate – air abrasion

*Čes. Stomat., roč. 112, 2012, č. 2, s. 36–46.*

## ÚVOD

Od přelomových objevů dimetakrylátových monomerů typu BIS-GMA Bowenem [2] a leptání skloviny Buonocorem [6] jako předpokladu vytvoření stabilní vazby mezi sklovinou a kompozitním materiélem je využití kompozitních materiálů v záchranné stomatologii rychle se rozvíjející oblastí. Výborné estetické vlastnosti a minimálně intervenční preparační postupy jsou hlavními přednostmi kompozitních výplní. Na druhé straně jejich snížená mechanická odolnost, vyšší abraze a riziko selhání okrajového uzávěru s následkem vzniku sekundárního kazu, diskolorace okrajového uzávěru nebo fraktury části výplně [5, 21] může snižovat jejich dlouhodobou životnost. Jednou z možností ošetření takto poškozených kompozitních výplní je jejich oprava bez nutnosti úplného odstranění původního výplňového materiálu, které je obvykle spojeno s další ztrátou tvrdých zubních tkání a je i časově náročné [14]. Oprava výplní tudíž představuje efektivní alternativu k jejich výměně, prodlužuje životnost výplní a je nejšetrnějším způsobem ošetření [12, 17]. Možnost oprav kompozitních výplní, fazet a dalších rekonstrukcí a jejich přínos v prevenci ztráty tvrdých zubních tkání má proto klíčový význam.

Dosavadní práce ukazují, že vytvoření spolehlivé vazby mezi původním a novým kompozitním materiélem závisí na řadě faktorů a výsledná pevnost vazby kolísá ve velmi širokém rozmezí [7, 13, 23].

Předchozí *in vitro* studie prokázaly význam mechanické nebo chemické úpravy povrchu původního kompozitu různými prostředky [4, 9, 32]. Z mechanických prostředků se nejčastěji používá obroušení diamantovaným brouskařem nebo SiC brusným papírem s částicemi karbidu křemíku a opracování air abrazí částicemi oxidu hlinitého (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nebo speciálním práškem u systému CoJet [1, 22, 24, 32]. Z chemických prostředků se nejčastěji používá leptání kyselinou fluorovodíkovou (HF) nebo fosforečnou (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) [7, 9, 28, 32]. Úpravou povrchu původního kompozitu broušením nebo air abrazí dochází k odstranění části původní kompozitní výplně, která byla nejvíce ovlivněna slinou nebo jiným degradačním médiem a k vytvoření povrchových nerovností, které zvětšují kontaktní povrch [13]. V mnoha studiích bylo též prokázáno, že použití adhezivního systému v kombinaci s mechanickou či chemickou úpravou povrchu může zvyšovat vazbu mezi původním a nově aplikovaným kompozitem [16, 18, 22].

Většina dosud publikovaných prací zkoumá pevnost vazby opravovaného kompozitu pouze v krátkém časovém období, nejčastěji 24 hodin až 14 dní po opravě [7, 13, 16, 18,

22, 28, 32]. Údaje o dlouhodobé odolnosti opravované kompozitní výplně, které mají pro nalezení optimálního pracovního postupu pro klinickou praxi největší význam, však stále chybí.

Cílem naší práce bylo ověřit odolnost vazby mezi původním a novým kompozitem po čtyřměsíční expozici adhezního spoje v prostředí destilované vody a v roztoku laurylsulfátu sodného (SLS), což je tenzoaktivní látka, obsažená v zubních pastách, u které lze předpokládat urychlení degradačních procesů adhezního spoje. Testovány byly dva způsoby úpravy povrchu původního kompozitu a dva typické adhezivní systémy.

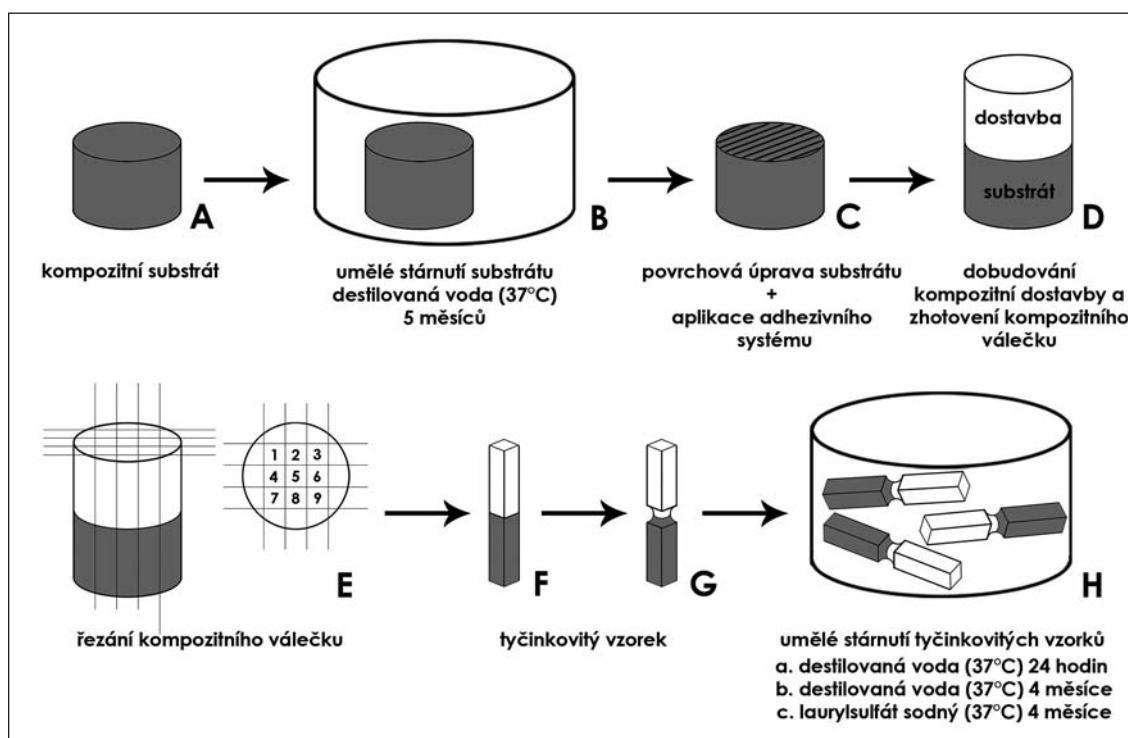
Nulová hypotéza předpokládala, že rozdílný způsob úpravy povrchu původního kompozitu, typ použitého adhezivního systému a působící prostředí neovlivní dlouhodobou pevnost vazby opravovaného kompozitu.

## MATERIÁLY A METODIKA

### Příprava vzorků

Ve studii byl použit mikrohybridní kompozitní materiál Filtek Z250 (3M ESPE AG, Německo) jako typický představitel této kategorie kompozitů, a klinicky dobře ověřené adhezivní systémy Optibond FL (Kerr, USA) a Gluma Comfort Bond (Heraeus Kulzer GmbH, Německo) ze skupiny tří a dvou krokových „etch-and-rinse“ adhezivních systémů.

Z kompozitu Filtek Z250 (odstín A2) bylo v teflonové formičce o průměru 8 mm inkrementační technikou připraveno 24 kompozitních substrátů (obr. 1A). Každý dvoumiliometrový inkrement kompozitního materiálu byl do formičky aplikován kovovým cpátkem a polymerován po dobu 20 sekund halogenovou polymerační lampou Elipar TriLight (3M ESPE AG, Německo) o výkonu 800 mW/cm<sup>2</sup>. Povrch posledního inkrementu byl pomocí transparentní plastové fólie o tloušťce cca 50 µm a mikroskopického sklíčka zazrovnán a polymerován přes plastovou fólii. Takto připravené substráty byly uloženy po dobu pěti měsíců v destilované vodě v termostatu s teplotou 37 °C (obr. 1B) a poté byly náhodně rozděleny do skupin dle povrchové úpravy, adhezivního systému a degradačního prostředí, v němž bylo provedeno umělé stárnutí adhezního spoje (tab. 1).



Obr. 1 Schéma přípravy zkušebních vzorků

**Tab. 1** Experimentální skupiny a jejich označení

Prostředí	Povrchová úprava – SiC brusný papír P320	
	Optibond FL	Gluma Comfort Bond
24 hodin destilovaná voda (T = 37 °C)	P320-OPT-24H20	P320-GLU-24H20
4 měsíce destilovaná voda (T = 37 °C)	P320-OPT-4H20	P320-GLU-4H20
4 měsíce laurylsulfát sodný (1,5% vodní roztok, T = 37 °C)	P320-OPT-4TEN	P320-GLU-4TEN

Prostředí	Povrchová úprava – Air Abraze	
	Optibond FL	Gluma Comfort Bond
24 hodin destilovaná voda (T = 37 °C)	AA-OPT-24H20	AA-GLU-24H20
4 měsíce destilovaná voda (T = 37 °C)	AA-OPT-4H20	AA-GLU-4H20
4 měsíce laurylsulfát sodný (1,5% vodní roztok, T = 37 °C)	AA-OPT-4TEN	AA-GLU-4TEN

Povrchová úprava substrátů se uskutečnila dvěma postupy: (obr. 1C)

1. SiC brusný papír: pomocí brusky Ecomet III a SiC brusného papíru P320 (Buehler Ltd., USA), se střední velikostí částic 46 µm, ekvivalentní červenému diamantovanému brousku ISO 514, byla z povrchu substrátů odbroušena vrstva o tloušťce cca 1 mm. Obroušený povrch byl následně opláchnut vodou a osušen proudem vzduchu.

2. Air abraze: nejprve byla pomocí brusky Ecomet III a SiC brusného papíru P2500 (Buehler Ltd., USA), se střední velikostí částic 8 µm, odbroušena z povrchu substrátů vrstva o tloušťce cca 1 mm, podobně jako v předchozím případě. Obroušený povrch byl pak opláchnut vodou a osušen proudem vzduchu. Následně byl preparován air abrazí nástrojem RONDOflex s částicemi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (RONDOflex 2013 Powder) o střední velikosti 50 µm (výrobky fy KaVo GmbH, Německo) po dobu dvakrát 30 sekund ve dvou na sebe kolmých směrech při pracovní vzdálenosti 3 mm, úhlu dopadu částic na povrch kompozitu 90° a tlaku vzduchu 3,2 MPa. Preparovaný povrch byl nakonec opláchnut vodou a osušen proudem vzduchu.

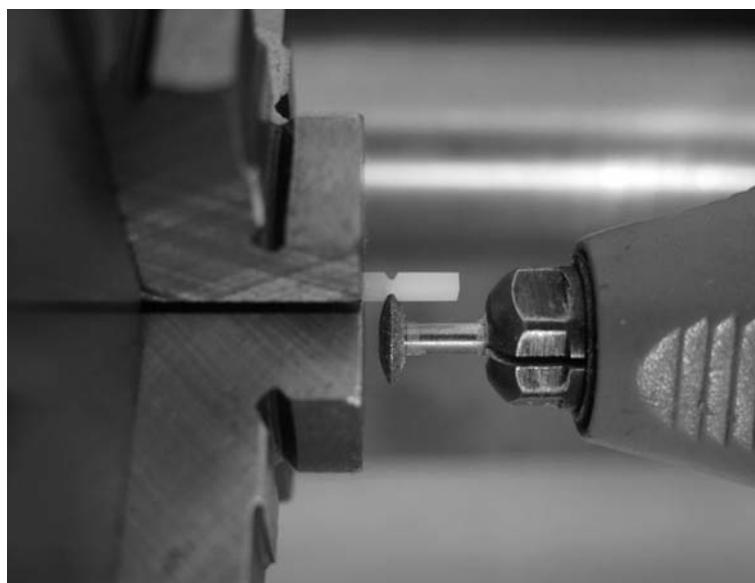
Po aplikaci adhezivního systému Optibond FL nebo Gluma Comfort Bond (obr. 1C) byly pomocí teflonové formičky o průměru 8 mm po dvoumilimetrových inkrementech na substrátech dobudovány kompozitní dostavby z mikrohybridního kompozitu Filtek Z250 (odstín A4) a byly tak zhotovené kompozitní válečky, tvořené z jedné poloviny kompozitním substrátem a z druhé poloviny kompozitní dostavbou (obr. 1D). Odlišný odstín kompozitního materiálu pro dostavbu byl zvolen záměrně pro snadnější identifikaci adhezního spoje.

Každý takto vytvořený kompozitní váleček byl podélně rozříznut (obr. 1E) diamantovaným kotoučem (Buehler Ltd., USA) na pomaloběžné pile Isomet (výrobky fy Buehler Ltd., USA) na devět tyčinkovitých vzorků o průřezu cca 1,4 × 1,4 mm a výšce 8 mm, kde 4 mm byly tvořeny původním kompozitem s odstínem A2 a 4 mm novým kompozitem s odstínem A4 (obr. 1F). V místě adhezního spoje byl dle „trimming techniky“ [19] průřez vzorků upraven diamantovaným brouskem pomocí speciálního upínacího zařízení (obr. 2) do kruhového průřezu s plochou adhezního spoje cca 0,7–1 mm<sup>2</sup> (obr. 1G).

Tyčinkovité zkušební vzorky byly uchovávány po dobu čtyř měsíců v destilované vodě nebo v 1,5% roztoku SLS při teplotě 37 °C. Kontrolní skupiny tvořily vzorky uchovávané po dobu 24 hodin v destilované vodě rovněž při teplotě 37 °C (obr. 1H).

Kromě těchto vzorků byly inkrementační technikou připraveny další dva substráty pro hodnocení morfologie povrchů po opracování broušením SiC papírem nebo air abrazi.

Všechny materiály byly použity přesně dle postupů doporučených výrobcem. Chemicke složení, způsob aplikace a výrobní šárže všech materiálů jsou uvedeny v tabulce 2.



**Obr. 2** Úprava průřezu vzorku v místě adhezního spoje

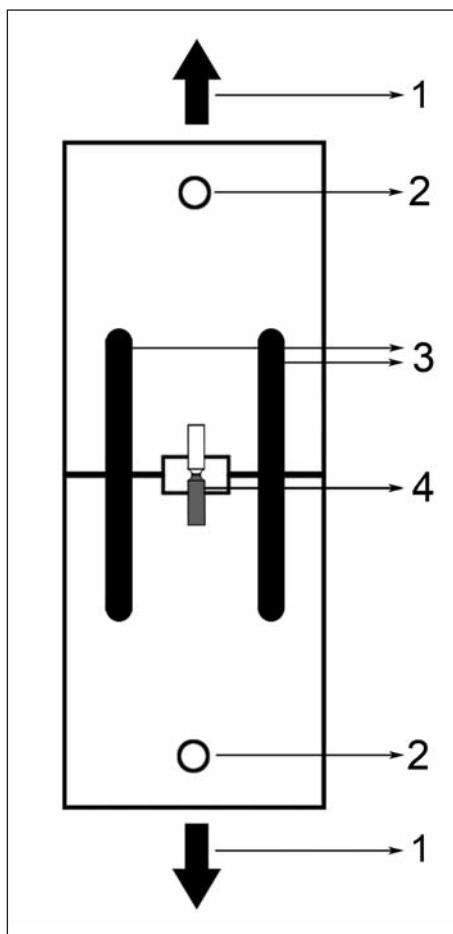
### Měření pevnosti vazby v mikrotahu

Po ukončení umělého stárnutí adhezního spoje byly zkušební vzorky vyjmuty z degradačního prostředí, opláchnuty vodou, osušeny proudem vzduchu a pomocí flow kompozitního materiálu Filtek Supreme XT Flow (3M ESPE AG, Německo) uchyceny v držáku vzorků pro měření pevnosti vazby v mikrotahu (obr. 3). Měření pevnosti vazby v mikrotahu bylo provedeno pomocí univerzálního zkušebního stroje Shimadzu AGS-G (Shimadzu Corp., Japonsko) s rychlosťí posunu příčníku 0,75 mm/min. Síla při porušení vzorku byla zaznamenána v newtonech [N]. Lomové plochy všech vzorků byly prohlédnuty stereomikroskopem SMZ 2T (Nikon Inc., Japonsko) a pomocí programu Quick Photo Industrial (Promicra s.r.o., Česká republika) byly vypočteny přesné velikosti lomových ploch a následně celková pevnost vazby v mikrotahu v megapascalech [MPa].

**Tab. 2** Chemické složení, způsob aplikace a výrobní šarže materiálů použitých ve studii

Materiál	Chemické složení	Způsob aplikace	Šarže
Filtek Z250 (3M ESPE, Německo)	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA Zr/Si plnivo	Polymerace (20s)	A2: 7YL A4: 8TP
Optibond FL (Kerr, USA)	<u>Kerr Gel Etchant:</u> 37,5% H3PO4 Primer: HEMA, GPDM, MMEP, voda, etanol, kafrchinon, BHT <u>Adhesive:</u> Bis-GMA, HEMA, GDMA, kafrchinon, ODMAB, plniva	Leptání (15 s), opláchnutí (15 s), osušení, primer (15 s), osušení (5 s), bond, polymerace (20 s)	<u>Kerr Gel Etchant:</u> 2891204 <u>Primer:</u> 2742088 <u>Adhesive:</u> 2782642
Gluma Comfort Bond (Heraeus, Německo)	<u>Gluma Etch 20 Gel:</u> 20% H3PO4 <u>Bond:</u> UDMA, HEMA, 4-META, modifikovaná polyakrylová kyselina, etanol, voda, fotoiniciátory, stabilizátory	Leptání (20 s), opláchnutí, osušení (1–2 s), 3 bond, čekání (15 s), osušení, polymerace (20 s)	<u>Gluma Etch 20 Gel:</u> 285018 <u>Bond:</u> 010080

Bis-GMA = bisfenol A glycidyl metakrylát, UDMA = uretan dimetakrylát, Bis-EMA = bisfenol A polyetylenglykol dimetakrylát, HEMA = 2-hydroxyethylmetakrylát, GPDM = glycerolfosfát dimetakrylát, MMEP = monometakrylát kyseliny ftalové, BHT = 2,6-di-terc-butyl-p-hydroxy toluen, GDMA = glyceroldimetakrylát, ODMAB = 2-etylhexyl-4-dimethylaminobenzoát, 4-META = 4-metakryloyloxyetyltrimelitanhydrid



**Obr. 3** Držák zkušebních vzorků pro měření pevnosti vazby v mikrotahu: 1 – směr pohybu polovin držáku při měření pevnosti vazby, 2 – otvory k uchycení držáku ke zkušebnímu stroji Shimadzu AGS-G, 3 – vodící trny zajišťující paralelitu obou polovin držáku při jejich vzájemném pohybu, 4 – zkušební vzorek

### Elektronová mikroskopie

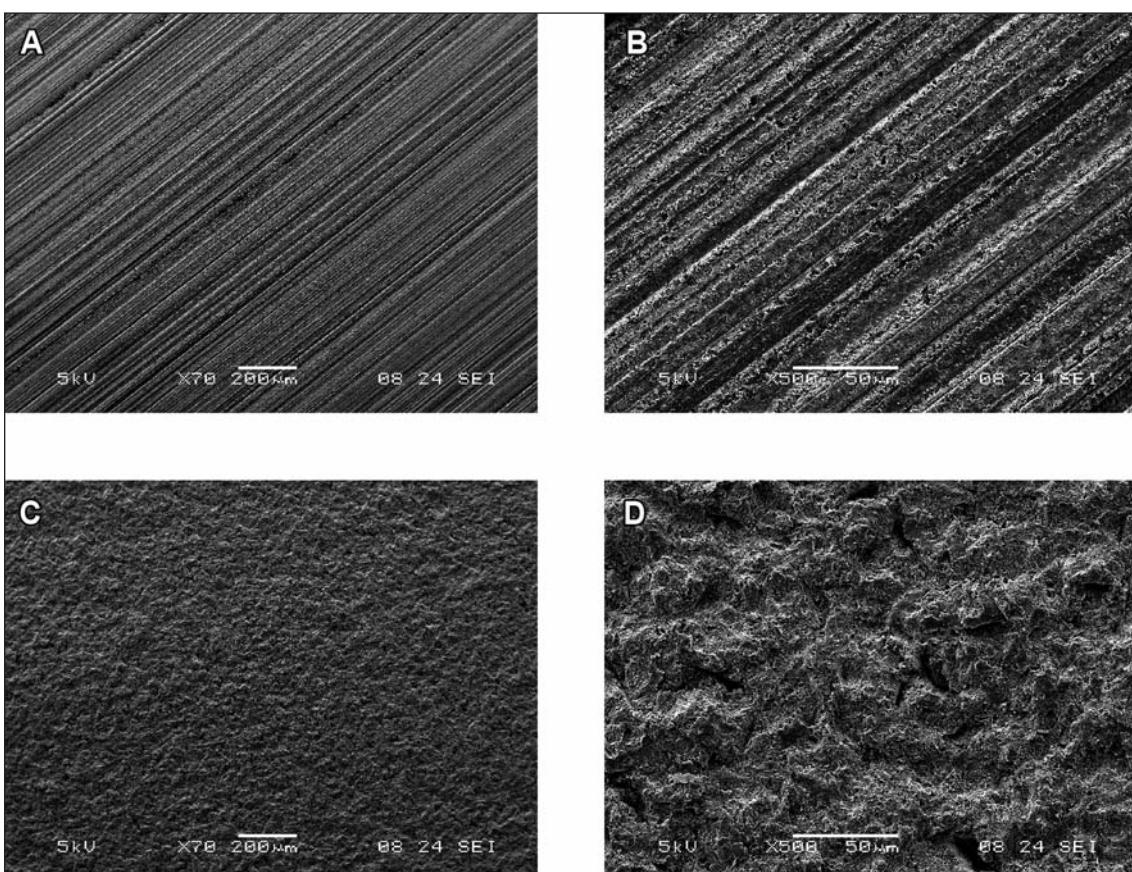
Morfologie povrchů substrátů po opracování SiC brusným papírem nebo air abrazí a též lomové plochy vzorků byly po nanesení kontrastní vrstvičky zlata pomocí přístroje JFC-1200 Fine Coater hodnoceny ve skenovacím elektronovém mikroskopu JSM 5500-LV (výrobky Jeol Inc., Japonsko) při 70- až 500násobném zvětšení.

### Statistická analýza

Pomocí 3-faktorové analýzy rozptylu (ANOVA) a Tukey post-hoc testů ( $\alpha = 0,05$ ) byla porovnávána statistická významnost vlivu povrchové úpravy substrátů, adhezivního systému a degradačního prostředí na pevnost vazby mezi původním a novým kompozitním materiálem.

## VÝSLEDKY

Morfologie preparovaných povrchů je patrná z obrázků (obr. 4A-D) pořízených skenovacím elektronovým mikroskopem. V případě preparace brusným papírem jsou na povrchu kompozitu velmi dobře patrné jednosměrné rýhy, vytvořené brusnými částicemi SiC papíru (obr. 4A, 4B). Zcela odlišný charakter vykazují vzorky preparované air abrazí, kde jsou na povrchu kompozitu patrné nepravidelně rozmístěné krátery a trhlinky, vy-



**Obr. 4** Povrchová morfologie substrátů po opracování brusným papírem a air abrazí: A – broušený povrch (zvětšení 70×), B – broušený povrch (zvětšení 500×), C – air abradovaný povrch (zvětšení 70×), D – air abradovaný povrch (zvětšení 500×)

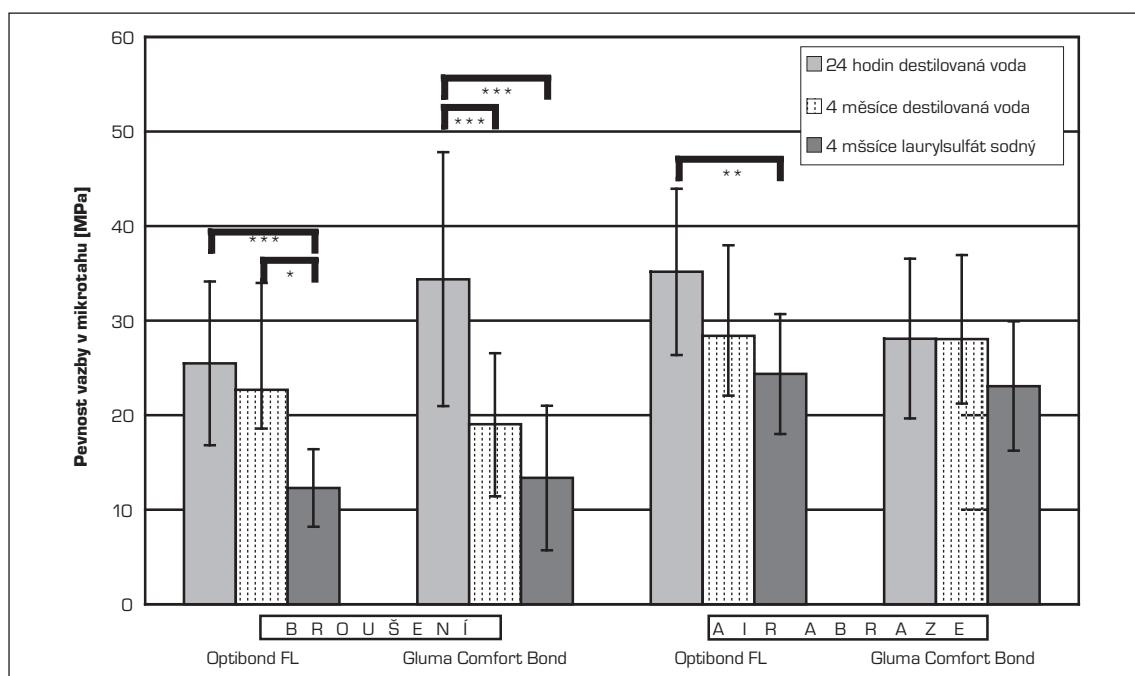
tvořené dopadem částic  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , vytvářející hrubou texturu povrchu (obr. 4C, 4D). Odlišný charakter preparovaného povrchu se projevil i ve výsledcích měření pevnosti vazby v mikrotahu, a to rozdílným poklesem pevnosti vazby mezi původním a novým kompozitním materiálem po expozici vzorků v různých prostředích (tab. 3, graf 1). Analýza rozptylu potvrdila statisticky významný vliv nejenom povrchové úpravy, ale i degradačního prostředí ( $p < 0,0001$ ). Naproti tomu typ použitého adhezivního systému nebyl významným faktorem ( $p > 0,12$ ). Z Tukey post-hoc testů bylo patrné, že na povrchu preparovaném broušením došlo pro adhezivní systém Optibond FL po čtyřměsíční expozici v 1,5% roztoku SLS a pro adhezivní systém Gluma Comfort Bond po čtyřměsíční expozici ve vodě i v 1,5% roztoku SLS k signifikantnímu poklesu pevnosti vazby v porovnání s 24hodinovou expozicí v destilované vodě. U systému Optibond FL byl v prostředí SLS pozorován pokles pevnosti vazby o 52 % ( $p < 0,001$ ), u systému Gluma Comfort Bond pak o 45 % v destilované vodě ( $p < 0,001$ ) a o 61 % v prostředí SLS ( $p < 0,001$ ). Naproti tomu na povrchu preparovaném air abrazí byl nalezen signifikantní pokles pevnosti vazby pouze pro systém Optibond FL po expozici v prostředí SLS o 31 % ( $p < 0,01$ ).

**Tab. 3** Výsledky pevnosti vazby

Povrchová úprava – SiC brusný papír P320		
Prostředí	Adhezivní systém	
	Optibond FL	Gluma Comfort Bond
24 hodin destilovaná voda ( $T = 37^\circ\text{C}$ )	$25,5 \pm 8,7$ [13]	$34,4 \pm 13,4$ [13]
4 měsíce destilovaná voda ( $T = 37^\circ\text{C}$ )	$22,7 \pm 11,3$ [13]	$19,1 \pm 7,5$ [14]
4 měsíce laurylsulfát sodný (1,5% vodní roztok, $T = 37^\circ\text{C}$ )	$12,3 \pm 4,1$ [16]	$13,4 \pm 7,6$ [16]

Povrchová úprava – Air Abraze		
Prostředí	Adhezivní systém	
	Optibond FL	Gluma Comfort Bond
24 hodin destilovaná voda (T = 37 °C)	35,2 ± 8,5 [16]	28,1 ± 7,4 [16]
4 měsíce destilovaná voda (T = 37 °C)	28,4 ± 8,9 [16]	28,1 ± 6,4 [15]
4 měsíce laurylsulfát sodný (1,5% vodní roztok, T = 37°C)	24,4 ± 6,8 [16]	23,1 ± 6,8 [16]

Střední hodnota  $\bar{x}$  standardní odchylka v MPa. [Počet vzorků ve skupině]



**Graf 1** Pevnost vazby v mikrotahu ± standardní odchylka [MPa]. Statisticky významné rozdíly jsou označeny hvězdičkou. \* p < 0,05, \*\* p < 0,01, \*\*\* p < 0,001

## DISKUSE

Na kompozitní výplně působí v dutině ústní řada faktorů, které inicují změny jejich vlastností v závislosti na délce expozice. Přítomností sliny a jiných tekutých médií dochází k absorpci vody a k nabotnání jejich polymerní struktury, ke změkčení polymerní matrice a v důsledku toho ke snížení třecích sil mezi polymerními řetězci [10, 25]. Dochází však také k porušení fázového rozhraní a chemické vazby mezi polymerní matricí a vytužujícími částicemi plniva [11] a případně k vyluhování částic plniva v závislosti na složení kompozitní pryskyřice a tekutého média [26, 33].

Při vrstvení kompozitu je vazba mezi jednotlivými inkrementy zajištěna hlavně chemicky prostřednictvím radikálové polymerace mezi nezreagovanými volnými monomery v kyslíkem inhibované vrstvě a monomery nově aplikovaného kompozitu [15]. V průběhu stárnutí kompozitních výplní se však počet dvojných vazeb a aktivních volných radikálů, díky kterým je možná chemická vazba nového kompozitního materiálu, snižuje [8, 31]. Uvádí se, že nejvyšší aktivita volných radikálů může být nalezena na povrchu substrátu během prvních 24 hodin po polymeraci [27]. Nicméně podle studie Dall’Oca a kol. [8] je, díky dostatečnému počtu aktivních volných radikálů, oprava kompozitu s vytvořením chemické vatby mezi původním a novým kompozitním materiálem možná ještě v období do 14 dnů od zhotovení výplně.

U zestárnutého kompozitu, kde je množství dvojných vazeb pro zajištění chemické vazby výrazně sníženo a povrch degradován, je proto třeba při jeho opravě povrch nejprve upravit a zajistit tak podmínky pro mechanické propojení původního a nového materiálu pomocí adhezivního systému. K této úpravě se používá řada postupů, buď na bázi mechanické preparace diamantovaným brouskem, air abrazí, nebo její modifikací technologií CoJet [1, 22, 24, 32]. Jiné postupy využívají chemické leptání povrchu kompozitu pomocí HF nebo  $H_3PO_4$  [7, 9, 28, 32]. Úpravou povrchu zestárnutého kompozitu broušením nebo air abrazí dochází k odstranění části původní kompozitní výplně, která byla nejvíc ovlivněna slinou nebo jiným degradačním médiem, a vytvořením povrchových nerovností dochází ke zvětšení kontaktního povrchu [13]. Air abraze vytváří mikroretenční povrch a diamantovaný brousek makro i mikro retenční povrch v závislosti na velikosti brusných částic [7]. Studiem vlivu způsobu mechanické úpravy kompozitu na pevnost vazby opravované kompozitní výplně se zabývala řada studií. Některé z nich neprokázaly signifikantní rozdíl mezi jednotlivými způsoby mechanické úpravy povrchu [1, 7], zatímco jiné ano [20, 22, 24]. Ve studii Rodrigues a kol. [24] bylo ve skupinách s opracováním povrchu air abrazí práškem  $Al_2O_3$  o velikosti částic 25  $\mu m$  dosaženo vyšších hodnot pevnosti vazby ve srovnání se skupinou, kde byl povrch opracován broušením diamantovaným brouskem. Podobné závěry prokázala i studie Pontes a kol. [20], ve které bylo ve skupinách s opracováním povrchu air abrazí práškem  $Al_2O_3$  o velikosti částic 50  $\mu m$  dosaženo vyšších hodnot pevnosti vazby ve srovnání se skupinou, kde byl povrch opracován brusným SiC papírem.

Mnoho studií prokázalo, že použití adhezivního systému v kombinaci s mechanickou či chemickou úpravou povrchu může zvyšovat pevnost vazby mezi původním a nově aplikovaným kompozitem [16, 18, 22]. Při opravách kompozitních výplní s použitím adhezivního systému se mohou uplatňovat tři mechanismy vazby: 1. chemická vazba k pryskyřičné matrix, 2. chemická vazba k čisticím plniva a 3. mikromechanická vazba v důsledku penetrace adhezivního systému do povrchových nerovností kompozitu [30]. Pevnost vazby opravovaného kompozitu může záviset na typu použitého adhezivního systému. Studie Yesilyurt a kol. [32] prokázala vyšší hodnoty pevnosti vazby opravovaného kompozitu při použití „self-etch“ adhezivního systému v porovnání s „etch-and-rinse“ adhezivním systémem. Naproti tomu, podle výsledků studie Cavalcanti a kol. [7], nebyl rozdíl mezi těmito typy adhezivních systémů nalezen. Studie Teixeira a kol. [29] prokázala, že hodnoty pevnosti vazby opravovaného kompozitu při použití „etch-and-rinse“ a „self-etch“ adhezivních systémů byly závislé na typu kompozitního substrátu. Většina dosud publikovaných prací zkoumá pevnost vazby opravované kompozitní výplně pouze v krátkém časovém období, nejčastěji 24 hodin až 14 dní po opravě [7, 13, 16, 18, 22, 28, 32]. V naší studii jsme testovali pevnost vazby po čtyřměsíční expozici v destilované vodě nebo v roztoku laurylsulfátu sodného, který se nejčastěji v koncentraci 1,5 % přidává do zubních past ke zvýšení jejich smácivosti a pěnivosti. Snížením povrchového napětí a usnadněním průniku vody do hydrofobní polymerní matrice a adheziva by tato látka mohla negativně působit na životnost kompozitních výplní. V naší práci byly použity dva klinicky osvědčené „etch-and-rinse“ adhezivní systémy se schopností vytvářet spolehlivou vazbu k tvrdým zubním tkáním [3], což je při opravách kompozitních výplní nutné vždy respektovat. Tyto systémy byly aplikovány na substráty podrobené umělému stárnutí po dobu pěti měsíců při teplotě 37 °C, kdy bylo možné předpokládat, že počet dvojných vazeb, přispívajících k chemické vazbě mezi aplikovanými systémy, je již neměnný. Pro povrchovou úpravu byly použity postupy, které co nejvíce odpovídají klinickým podmínkám a vybavení ordinací, tedy obroušení původní výplně diamantovaným brouskem a preparace air abrazí česticemi  $Al_2O_3$ .

Výsledky naší studie (tab. 3) ukazují signifikantní vliv povrchové úpravy a degradačního prostředí na pevnost vazby ( $p < 0,0001$ ), což je v souladu se studiemi, které rovněž prokázaly signifikantní rozdíl mezi různými způsoby mechanické úpravy povrchu [20, 22, 24]. Podle výsledků naší studie došlo na povrchu preparovaném broušením pro adhezivní systém Optibond FL po čtyřměsíční expozici v 1,5% roztoku SLS a pro adhezivní systém Gluma Comfort Bond po čtyřměsíční expozici ve vodě i v 1,5% roztoku SLS k signifikantnímu poklesu pevnosti vazby v porovnání s 24hodinovou expozicí v destilované vodě. U systému Optibond FL byl v prostředí SLS pozorován pokles pevnosti vazby o 52 % ( $p < 0,001$ ), u systému Gluma Comfort Bond pak o 45 % v destilované vodě ( $p < 0,001$ )

a o 61 % v prostředí SLS ( $p < 0,001$ ). Naproti tomu na povrchu preparovaném air abrazí byl nalezen signifikantní pokles pevnosti vazby pouze pro systém Optibond FL po expozici v prostředí SLS o 31 % ( $p < 0,01$ ).

Z klinického hlediska je nejdůležitější dlouhodobá odolnost adhezního spoje, čemuž v literatuře není dosud věnována dostatečná pozornost. Naše studie ukazuje, že především *paraparace air abrazí poskytuje dlouhodobě stabilní vazbu mezi původním a nově aplikovaným kompozitním materiélem*. To je dobré patrné ze srovnání pevností vazby po 24 hodinách, kdy jsou rozdíly ve výsledcích statisticky nevýznamné a nezávisí na preparačním postupu ani použití adhezivního systému. Po čtyřměsíční expozici adhezního spoje v prostředí SLS jsou již rozdíly signifikantní. Na povrchu preparovaném air abrazí byla dosažená pevnost vazby pro systém Optibond FL o cca 100 % a pro systém Gluma Comfort Bond o cca 70 % vyšší než na povrchu preparovaném broušením.

Výrazný pokles pevnosti vazby a celkově nižší pevnost vazby na broušeném povrchu po čtyřměsíční expozici v prostředí SLS může být důsledkem rychlejšího průniku degradačního média do adhezní vrstvy. Jednosměrné rýhy, vytvořené brusnými částicemi na povrchu preparovaného kompozitu (obr. 4A, 4B), mohou působit jako „kanálky“ usnadňující průnik degradačního média do adhezní vrstvy a tím urychlovat její degradaci. Povrch upravený airabrazí se jeví naproti tomu více členitý s nepravidelně rozloženými krátery a štěrbinami, vytvořenými částicemi  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Vyšší členitost takto preparovaného povrchu by mohla prodlužovat dráhu molekul difundujících adhezní vrstvou a tím snižovat rychlosť průniku degradačního média do adhezní vrstvy ve srovnání s broušeným povrchem. Pro ověření této hypotézy je však nutný další výzkum.

## ZÁVĚR

Na základě výsledků naší studie musí být nulová hypotéza zamítнутa. Analýza rozptylu potvrzila statisticky významný vliv nejenom povrchové úpravy, ale i degradačního prostředí ( $p < 0,0001$ ). Výsledky této práce potvrzují, že preparace air abrazí poskytuje i z dlouhodobého hlediska stabilní vazbu mezi původním a nově aplikovaným kompozitním materiélem a to pro oba vybrané typy adheziv. Vliv jejich rozdílného chemického složení a odlišných aplikačních postupů na pevnost vazby se v rámci této studie ukázal nevýznamný.

## LITERATURA

- Bonstein, T., Garlapo, D., Donarummo, J. Jr., et al.:** Evaluation of varied repair protocols applied to aged composite resin. *J. Adhes. Dent.*, roč. 7, 2005, č. 1, s. 41–49.
- Bowen, R. L.:** Dental filling materials comprising vinyl-silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidyl methacrylate. US Patent 3,066,112, 1962.
- Bradna, P., Vrbova, R., Dudek, M., et al.:** Comparison of bonding performance of self-etching and etch-and-rinse adhesives on human dentin using reliability analysis. *J. Adhes. Dent.*, roč. 10, 2008, č. 6, s. 423–429.
- Brendeke, J., Ozcan, M.:** Effect of physicochemical aging conditions on the composite-composite repair bond strength. *J. Adhes. Dent.*, roč. 9, 2007, č. 4, s. 399–406.
- Brunthaler, A., Konig, F., Lucas, T., et al.:** Longevity of direct resin composite restorations in posterior teeth. *Clin. Oral Investig.*, roč. 7, 2003, č. 2, s. 63–70.
- Buonocore, M. G.:** A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J. Dent. Res.*, roč. 34, 1955, č. 6, s. 849–853.
- Cavalcanti, A. N., De Lima, A. F., Peris, A. R. et al.:** Effect of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. *J. Esthet. Restor. Dent.*, roč. 19, 2007, č. 2, s. 90–98; discussion 99.
- Dall’Oca, S., Papacchini, F., Goracci, C., et al.:** Effect of oxygen inhibition on composite repair strength over time. *J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater.*, roč. 81, 2007, č. 2, s. 493–498.
- Fawzy, A. S., El-Askary, F. S., Amer, M. A.:** Effect of surface treatments on the tensile bond strength of repaired water-aged anterior restorative micro-fine hybrid resin composite. *J. Dent.*, roč. 36, 2008, č. 12, s. 969–976.
- Ferracane, J. L., Berge, H. X., Condon, J. R.:** In vitro aging of dental composites in water—effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *J. Biomed. Mater. Res.*, roč. 42, 1998, č. 3, s. 465–472.
- Ferracane, J. L., Marker, V. A.:** Solvent degradation and reduced fracture toughness in aged composites. *J. Dent. Res.*, roč. 71, 1992, č. 1, s. 13–19.

12. **Gordan, V. V., Shen, C., Riley, J., 3rd, et al.:** Two-year clinical evaluation of repair versus replacement of composite restorations. *J. Esthet. Restor. Dent.*, roč. 18, 2006, č. 3, s. 144–153; discussion 154.
13. **Hannig, C., Laubach, S., Hahn, P., et al.:** Shear bond strength of repaired adhesive filling materials using different repair procedures. *J. Adhes. Dent.*, roč. 8, 2006, č. 1, s. 35–40.
14. **Krejci, I., Lieber, C. M., Lutz, F.:** Time required to remove totally bonded tooth-colored posterior restorations and related tooth substance loss. *Dent. Mater.*, roč. 11, 1995, č. 1, s. 34–40.
15. **Li, J.:** Effects of surface properties on bond strength between layers of newly cured dental composites. *J. Oral. Rehabil.*, roč. 24, 1997, č. 5, s. 358–360.
16. **Mitsaki-Matsou, H., Karanika-Kouma, A., Papadoyiannis, Y., et al.:** An in vitro study of the tensile strength of composite resins repaired with the same or another composite resin. *Quintessence Int.*, roč. 22, 1991, č. 6, s. 475–481.
17. **Moncada, G., Martin, J., Fernandez, E., et al.:** Sealing, refurbishment and repair of Class I and Class II defective restorations: a three-year clinical trial. *J. Am. Dent. Assoc.*, roč. 140, 2009, č. 4, s. 425–432.
18. **Papacchini, F., Radovic, I., Magni, E., et al.:** Flowable composites as intermediate agents without adhesive application in resin composite repair. *Am. J. Dent.*, roč. 21, 2008, č. 1, s. 53–58.
19. **Pashley, D. H., Carvalho, R. M., Sano, H., et al.:** The microtensile bond test: a review. *J. Adhes. Dent.*, roč. 1, 1999, č. 4, s. 299–309.
20. **Pontes, A. P., Oshima, H. M., Pacheco, J. F., et al.:** Shear bond strength of direct composite repairs in indirect composite systems. *Gen. Dent.*, roč. 53, 2005, č. 5, s. 343–347.
21. **Raj, V., Macedo, G. V., Ritter, A. V.:** Longevity of posterior composite restorations. *J. Esthet. Restor. Dent.*, roč. 19, 2007, č. 1, s. 3–5.
22. **Rathke, A., Tymina, Y., Haller, B.:** Effect of different surface treatments on the composite-composite repair bond strength. *Clin. Oral. Investig.*, roč. 13, 2009, č. 3, s. 317–323.
23. **Rinastiti, M., Ozcan, M., Siswomihardjo, W., et al.:** Immediate repair bond strengths of microhy-
- brid, nanohybrid and nanofilled composites after different surface treatments. *J. Dent.*, 2009.
24. **Rodrigues, S. A., Jr., Ferracane, J. L., Della Bona, A.:** Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. *Dent. Mater.*, roč. 25, 2009, č. 4, s. 442–451.
25. **Shin, M. A., Drummond, J. L.:** Evaluation of chemical and mechanical properties of dental composites. *J. Biomed. Mater. Res.*, roč. 48, 1999, č. 4, s. 540–545.
26. **Soderholm, K. J., Mukherjee, R., Longmate, J.:** Filler leachability of composites stored in distilled water or artificial saliva. *J. Dent. Res.*, roč. 75, 1996, č. 9, s. 1692–1699.
27. **Soderholm, K. J., Roberts, M. J.:** Variables influencing the repair strength of dental composites. *Scand. J. Dent. Res.*, roč. 99, 1991, č. 2, s. 173–180.
28. **Souza, E. M., Francischone, C. E., Powers, J. M., et al.:** Effect of different surface treatments on the repair bond strength of indirect composites. *Am. J. Dent.*, roč. 21, 2008, č. 2, s. 93–96.
29. **Teixeira, E. C., Bayne, S. C., Thompson, J. Y., et al.:** Shear bond strength of self-etching bonding systems in combination with various composites used for repairing aged composites. *J. Adhes. Dent.*, roč. 7, 2005, č. 2, s. 159–164.
30. **Tezvergil, A., Lassila, L. V., Vallittu, P. K.:** Composite-composite repair bond strength: effect of different adhesion primers. *J. Dent.*, roč. 31, 2003, č. 8, s. 521–525.
31. **Tezvergil, A., Lassila, L. V., Yli-Urpo, A., et al.:** Repair bond strength of restorative resin composite applied to fiber-reinforced composite substrate. *Acta Odontol. Scand.*, roč. 62, 2004, č. 1, s. 51–60.
32. **Yesilyurt, C., Kusgöz, A., Bayram, M., et al.:** Initial repair bond strength of a nano-filled hybrid resin: effect of surface treatments and bonding agents. *J. Esthet. Restor. Dent.*, roč. 21, 2009, č. 4, s. 251–260.
33. **Zhou, M., Drummond, J. L., Hanley, L.:** Barium and strontium leaching from aged glass particle/resin matrix dental composites. *Dent. Mater.*, roč. 21, 2005, č. 2, s. 145–155.

Tato studie byla vypracována s finanční podporou Grantové agentury Univerzity Karlovy v Praze, GAUK 9684/2010 a Specifického vysokoškolského výzkumu MŠMT, pro r. 2011, reg. č. 262501.

MUDr. Lukáš Comba  
Ústav klinické a experimentální stomatologie 1. LF UK a VFN  
Karlovo náměstí 32  
121 11 Praha 2  
e-mail: comba@vus.cz