

lek. dent. Anna Żęcin-Dereń

**Wpływ sposobu aplikacji samotrawiących systemów  
wiązących na wytrzymałość połączenia materiału  
kompozytowego z zębina**

Praca na stopień doktora nauk medycznych

**Promotor: prof. dr hab. n. med. Jerzy Sokołowski**

**Promotor pomocniczy: dr n. med. Barbara Łapińska**

Zakład Stomatologii Ogólnej  
Katedra Stomatologii Odtwórczej  
Wydział Lekarski



Łódź 2020

## 1 STRESZCZENIE

**Wstęp:** Próchnica wtórna oraz defekty brzeżne należą do głównych przyczyn, dla których lekarze klinicyści wymieniają wypełnienia kompozytowe. Osiągnięcie stabilnego połączenia pomiędzy wypełnieniem a tkankami zęba w istotny sposób wpływa na trwałość wypełnień. Jeśli chodzi o połączenie ze szkliwem, nowoczesne samotrawiące systemy wiążące, tradycyjne oraz uniwersalne, osiągają zadowalające wyniki wytrzymałościowe. Jednak przy aplikacji na zębinę systemy te nie zapewniają połączenia porównywalnego z konwencjonalnymi, trzyetapowymi systemami wiążącymi typu total-etch. Zgodnie z doniesieniami literaturowymi, możliwe jest zwiększenie wytrzymałości połączenia materiału kompozytowego z zębiną poprzez przedłużoną lub wielokrotną aplikację, bądź aplikację kilku warstw tradycyjnych (TSSW) i uniwersalnych (USSW) samotrawiących systemów wiążących. Ze względu na znaczne różnice w składzie pomiędzy poszczególnymi dostępnymi na rynku stomatologicznym produktami, uznano za celowe ustalenie odpowiedniego protokołu aplikacji dla każdego z badanych systemów wiążących.

**Cel pracy:** Celem rozprawy doktorskiej była ocena wpływu sposobu aplikacji systemów wiążących samotrawiących: tradycyjnych oraz uniwersalnych na grubość warstwy adhezyjnej oraz wytrzymałość połączenia materiału kompozytowego z zębiną.

Wyznaczono następujące cele szczegółowe:

1. Ocena wytrzymałości połączenia materiału kompozytowego z zębiną po naniesieniu kilku oddzielnie polimeryzowanych warstw systemu wiążącego.
2. Ocena wytrzymałości połączenia materiału kompozytowego z zębiną po aplikacji kilku porcji systemu wiążącego z końcową polimeryzacją, w standardowym oraz wydłużonym czasie aplikacji.
3. Ocena wpływu sposobu aplikacji systemu wiążącego na grubość warstwy adhezyjnej.
4. Ocena korelacji pomiędzy grubością warstwy adhezyjnej a wytrzymałością połączenia materiału kompozytowego z zębiną uzyskaną po modyfikacji sposobu aplikacji systemu wiążącego

**Materiał i metody:** Materiał kliniczny stanowiły usunięte zęby ludzkie przechowywane po ekstrakcji w 0,5% chloraminie. Przygotowano próbki zębiny, które zatapiano w PMMA w pierścieniach PVC. W celu uzyskania płaskiej powierzchni o standaryzowanej grubości warstwy mazistej, próbki szlifowano na mokro na polerce tarczowej. Badane samotrawiące systemy wiążące: tradycyjne, tj. Adper Easy One, Xeno V oraz uniwersalne, tj. Single Bond

Universal, Prime&Bond One Select aplikowano na powierzchnię zębiny zgodnie z zaleceniami producenta (grupa kontrolna), a także, w grupach badanych, poprzez naniesienie kilku (2 lub 3) warstw systemu wiążącego z osobnym naświetlaniem każdej warstwy oraz poprzez wielokrotną (2- lub 3-krotną) aplikację systemu, w czasie 20, 40 lub 60 sekund, z końcowym naświetlaniem. Każda porcja systemu wiążącego osuszana była lekkim strumieniem powietrza z dmuchawki wodno-powietrznej, umieszczonej w odległości 10 cm, pod kątem 45° w stosunku do powierzchni próbki. Następnie, z wykorzystaniem pierścieni silikonowych, zostało wytworzone połączenie zębiny z materiałem kompozytowym typu flow.

Wytrzymałość połączenia materiału kompozytowego z zębiną badano po 24 godz. przechowywania próbek w roztworze 0,9% NaCl w temperaturze pokojowej, testem ścinania w urządzeniu do badań wytrzymałościowych Zwick-Roell Z020 (/Zwick-Roell, Niemcy). Wartości maksymalnych naprężeń sił ścinających były obliczane i notowane automatycznie przez komputer sprzężony z urządzeniem testującym i wyposażony w oprogramowanie do badań wytrzymałościowych TestXpert®Zwick-Roell GmbH.

W celu oceny grubości warstwy adhezyjnej wykonano szlify poprzeczne próbek zębiny koronowej połączonej z materiałem kompozytowym. Po napyleniu powierzchni próbek stopem metali szlachetnych przeprowadzono ocenę morfologii połączenia zębiny z materiałem kompozytowym, za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM) FEI Nova NanoSEM 450 (FEI, Hillsboro, OR, USA). Przeprowadzono również analizę składu chemicznego (EDS) połączenia zębina – materiał kompozytowy za pomocą mikroanalizatora chemicznego (EDAX/AMETEK, Materials Analysis Division, Model Octane Super, Mahwah, NJ, USA).

Uzyskane wyniki wytrzymałości na ścinanie oraz grubości warstwy adhezyjnej poddano analizie statystycznej przy pomocy programu Statistica 10.0 (StatSoft Polska, Kraków, Polska). Zastosowano testy statystyczne: Shapiro-Wilka - do porównania zgodności rozkładów; nieparametryczny test Manna-Whitney'a - do porównania poszczególnych sposobów nakładania systemu wiążącego z grupą kontrolną oraz systemów między sobą, zarówno w przypadku grubości warstwy adhezyjnej jak i wytrzymałości połączenia; test ANOVA Kruskala-Wallis - do porównania powyższych parametrów także dla poszczególnych systemów wiążących (4 systemy), oddzielnie dla każdego sposobu nakładania. Jako test post-hoc zastosowano test wielokrotnych porównań parami Dunnetta. Za istotne statystycznie uznano różnice  $p < 0,05$ .

Oceniono również korelację między wytrzymałością połączenia materiału kompozytowego z zębiną a grubością warstwy adhezyjnej uzyskaną dla poszczególnych

sposobów aplikacji systemu wiążącego. W tym celu zastosowano modele regresji liniowej z efektami mieszanymi i elastycznymi błędami standardowymi. Wszystkie równania regresji były kontrolowane względem metody aplikacji.

Badanie uzyskało zgodę Komisji Bioetycznej przy Uniwersytecie Medycznym w Łodzi, nr uchwały: RNN/435/18/KE.

**Wyniki:** W badaniach stwierdzono, że modyfikacja sposobu aplikacji samotrawiących systemów wiążących wpływa dodatnio na wytrzymałość połączenia materiału kompozytowego z zębina. W przypadku aplikacji kilku oddzielnie naświetlanych warstw, istotny statystycznie wzrost wytrzymałości tego połączenia stwierdzono dla Xeno V oraz Prime&Bond One Select. Kilkuwarstwowa aplikacja systemu spowodowała istotny wzrost grubości warstwy adhezyjnej dla wszystkich badanych systemów wiążących. Dodatnią korelację pomiędzy grubością warstwy adhezyjnej a wynikami wytrzymałości połączenia z zębina zaobserwowano dla systemów wiążących Xeno V oraz Prime&Bond One Select. Jeśli chodzi o nakładanie kilku porcji systemu wiążącego z końcową polimeryzacją, istotny statystycznie wzrost wytrzymałości połączenia z zębina wykazano dla Adper Easy One, Xeno V oraz Single Bond Universal, ale wyłącznie w grupach, w których jednocześnie wydłużono czas aplikacji. W pozostałych grupach wzrost ten nie był istotny statystycznie. W przypadku systemu Prime&Bond One Select taka modyfikacja sposobu aplikacji nie zmieniła istotnie wytrzymałości połączenia z zębina. Dla wielokrotnej aplikacji badanych systemów z końcową polimeryzacją nie stwierdzono istotnego wzrostu grubości warstwy adhezyjnej ani korelacji pomiędzy grubością tej warstwy, a wytrzymałością połączenia materiału kompozytowego z zębina. Najwyższe wartości połączenia materiału kompozytowego z zębina uzyskano w przypadku potrójnej aplikacji zawierającego napełniacz systemu Single Bond Universal (USSW) w przedłużonym czasie 60 s, a najniższe dla potrójnej aplikacji Prime&Bond One Select (USSW) w standardowym czasie 20 s.

**Wnioski:**

1. Naniesienie kilku oddzielnie naświetlanych warstw tradycyjnego samotrawiącego systemu wiążącego (Xeno V) lub uniwersalnego samotrawiącego systemu wiążącego (Prime&Bond One Select) powoduje wzrost wytrzymałości połączenia materiału kompozytowego z zębina.
2. Naniesienie kilku porcji tradycyjnego samotrawiącego systemu wiążącego (Xeno V lub Adper Easy One) lub uniwersalnego samotrawiącego systemu wiążącego (Single Bond Universal) w standardowym czasie aplikacji (20 sekund) nie wpływa na wzrost wytrzymałości połączenia materiału kompozytowego z zębina. Natomiast naniesienie kilku

porcji tych systemów wiążących w przedłużonym czasie aplikacji (do 60 sekund) powoduje istotny wzrost wytrzymałości połączenia materiału kompozytowego z zębina.

3. Sposób aplikacji systemu wiążącego, w szczególności aplikacja kilku oddzielnie naświetlanych warstw, przyczynia się do wzrostu grubości warstwy adhezyjnej.
4. W przypadku niezawierających napełniacza samotrawiących systemów wiążących, tj. Xeno V oraz Prime&Bond One Select, grubość warstwy adhezyjnej dodatnio koreluje z wynikami wytrzymałości połączenia.

## 2 ABSTRACT

**Introduction:** Secondary caries and marginal defects are the main reasons for failure of composite restorations. Achieving stable, reliable bond between dental tissues and restorations substantially improves the durability of dental fillings. Regarding enamel bond strength, contemporary self-etch adhesives, traditional or universal, achieve satisfactory results. However, when applied on dentin, these adhesives do not provide bond strength comparable to that of conventional, three-step, total-etch systems. According to the literature, it is possible to enhance composite bond strength to dentin by multiple or prolonged application, or by the increase of the number of layers of traditional and universal self-etch adhesives. Due to substantial differences in the composition of particular adhesives, it was considered necessary to establish optimal application protocol for each of the tested products.

**Aim of the study:** The aim of the study was to evaluate the influence of application methods of traditional and universal self-etch adhesives on dentin bond strength and on adhesive layer thickness.

Particular aims were determined:

1. Assessment of dentin bond after application of several separately polymerized layers of adhesive.
2. Assessment of dentin bond strength after multiple application of adhesive in standard and prolonged time.
3. Assessment of the influence of the application method on the adhesive layer thickness.
4. Assessment of the correlation between adhesive layer thickness and dentin bond strength, achieved after modification of application method.

**Materials and methods:** Human, extracted teeth, stored in 0.5% chloramine were used in this study. Dentin samples were prepared and embedded in PMMA in PVC rings. In order to achieve flat dentin surface, of standardized smear layer thickness, the samples were ground under water coolant. The tested self-etch adhesives, traditional (Adper Easy One, Xeno V) and universal (Single Bond Universal, Prime&Bond One Select) were applied on dentin surface according to the manufacturer's instructions (control group) or, in research groups, applied in several separately polymerized layers (2 or 3) or multiple times (2 or 3) in 20, 40 or 60 seconds, with polymerization performed in the end of the procedure. Each portion of the adhesive was dried with light air stream from air-water syringe, placed at 10 cm from the specimen, at the angle of 45°. Flowable composite was then applied with the use of silicon rings. After 24 h of storage in saline the samples were shear loaded to fracture using a universal testing machine

(Zwick-Roell Z020, Zwick-Roell, Germany). The shear bond strength (SBS) was calculated by corresponding software program (TestXpert®Zwick-Roell Gmb) and expressed in MPa.

In order to assess adhesive layer thickness, the resin-dentin interface was exposed and, after adequate treatment, gold sputter coated. The specimens were then examined in scanning electron microscope (SEM, FEI Nova NanoSEM 450, FEI, Hillsboro, OR, USA). The adhesive layer thickness was measured based on the SEM images. Also, the chemical analysis of the dentin-resin interface was performed using energy dispersive spectrometry (EDS, EDAX/AMETEK, Materials Analysis Division, Model Octane Super, Mahwah, NJ, USA).

The data obtained in shear bond strength tests, as well as adhesive layer thickness measurements were statistically analyzed with Statistica 10.0 (StatSoft Polska, Kraków, Polska). Statistical tests were fitted: Shapiro-Wilk to check for normal distribution; non-parametric Mann-Whitney to compare each application mode with control group and to compare the modifications with each other within the same adhesive, both in terms of adhesive layer thickness and shear bond strength; Kruskal-Wallis ANOVA to compare the abovementioned parameters between adhesives, separately for each modification. Differences of  $p < 0.05$  were considered statistically significant.

Correlation between dentin bond strength and adhesive layer thickness produced by adhesives' different application methods was evaluated. Mixed-effects linear regression models with robust standard errors were fitted. All the regression equations were controlled for the modality of application.

The study was approved by the Ethical Committee at Medical University of Lodz, number RNN/435/18/KE.

**Results:** This research proved that modification of the application mode of self-etch adhesives enhances composite-dentin bond strength. In case of several separately polymerized layers, significant increase in SBS was observed for Xeno V and Prime&Bond One Select. For these adhesives positive correlation was shown between shear bond strength and adhesive layer thickness. All of the tested adhesives presented rise of adhesive layer thickness after being applied in several layers.

When multiple application with final polymerization was regarded, enhanced bond strength was observed for Adper Easy One, Xeno V and Single Bond Universal, but only in research groups with prolonged time. In other groups, the rise was present, but not statistically significant. In case of Prime&Bond One Select, such modification did not significantly influence SBS values. No significant increase of adhesive layer thickness was found for tested adhesives, when applied multiple times with final polymerization, nor was correlation between

adhesive layer thickness and shear bond strength observed. The highest bond strength values were presented by nanofiller-containing Single Bond Universal (universal self-etch adhesive) applied three times in 60 seconds. The lowest ones were observed for non-filled Prime&Bond One Select (universal self-etch adhesive) applied three times in 20 seconds.

**Conclusions:**

1. Application of several separately polymerized layers of traditional (Xeno V) or universal (Prime&Bond One Select) self-etch adhesive contributes to an increase of dentin-composite shear bond strength
2. Application of several portions of traditional (Xeno V and Adper Easy One) or universal (Single Bond Universal) self-etch adhesive in standard application time does not significantly influence dentin-composite shear bond strength. The abovementioned modification combined with prolonged (60 seconds) application time causes significant increase of dentin-composite shear bond strength.
3. Application mode, such as applying several separately polymerized layers, contributes to a rise of adhesive layer thickness.
4. In case of non-filled self-etch adhesives, such as Xeno V oraz Prime&Bond One Select positive correlation was found between adhesive layer thickness and dentin-composite shear bond strength.