

UNIVERZITET U BEOGRADU

STOMATOLOŠKI FAKULTET

MILOŠ D. BELOICA

**ISPITIVANJE JAČINE VEZE I ODNOŠA  
ADHEZIVNIH SISTEMA SA TVRDIM  
ZUBNIM TKIVIMA MLEČNE I STALNE  
DENTICIJE**

doktorska disertacija

Beograd, 2017

UNIVERSITY OF BELGRADE

SCHOOL OF DENTAL MEDICINE

MILOŠ D. BELOICA

**INVESTIGATION OF BOND STRENGTH  
AND INTERFACE BETWEEN ADHESIVE  
SYSTEMS AND HARD DENTAL TISSUES  
OF DECIDIOUS AND PERMANENT  
DENTITION**

doctoral dissertation

Belgrade, 2017

Mentor:

Docent dr Ivana Radović  
Klinika za dečju i preventivnu  
stomatologiju Stomatološki fakultet  
Univerzitet u Beogradu

Članovi komisije:

Prof. dr Zoran R. Vujičević  
Klinika za dečju i preventivnu  
stomatologiju Stomatološki fakultet  
Univerzitet u Beogradu

Prof. dr Dejan Marković  
Klinika za dečju i preventivnu  
stomatologiju  
Stomatološki fakultet  
Univerzitet u Beogradu

Prof. dr Vladimir Pavlović  
Katedra za matematiku i fiziku  
Poljoprivredni fakultet  
Univerzitet u Beogradu

Datum odbrane: \_\_\_\_\_

## IZJAVA ZAHVALNOSTI

Najveću zahvalnost dugujem mom Mentoru, Doc. dr Ivani Radović na bezrezervnoj pomoći tokom istraživanja, pisanja i oblikovanja Doktorske disertacije. Njeno strpljenje, analitički pristup materiji i prijateljski saveti su pomogli u velikoj meri da tekst dobije odgovarajući oblik i veliki posao bude priveden kraju.

Prof. dr Zoranu Vulićeviću hvala za sve savete tokom istraživanja i pisanja. Njegova pozitivna energija, upornost i istrajanost me je nadahnula i pokrenula dalje ka cilju u teškim trenutcima. „Neće ti biti lako, ali ako...“ će uvek zvoniti u mojim ušima.

Veliku zahvalnost dugujem kompletnom kolektivu Klinike za dečju i preventivnu stomatologiju na pomoći i razumevanju tokom izrade disertacije. Hvala kolegama sa kojima sam delio smene na razumevanju kada je bilo potrebno posvetiti se istraživanju.

Osoblju Klinike za oralnu hirurgiju Stomatološkog fakulteta i specijalizantima Klinike za dečju i preventivnu stomatologiju iskreno i veliko hvala na pomoći prilikom skupljanja materijala za istraživanje. Bez njihove pomoći istraživanje ne bi bilo moguće završiti u odgovarajućem vremenskom roku.

Profesoru Vladimiru Pavloviću i njegovom asistentu Ivani Vukašinović hvala na neizmernoj pomoći pri skeniranju uzoraka. Bez njih dvoje slike ne bi bile ni približno dobre i jasne. Hvala na strpljenju, posvećenosti i razumevanju.

Kompanijama KERR, Ivoclar Vivadent, 3M ESPE i DMP i njihovim distributerima Neodent, Akord dental, Bavako i Tehnodent na podršci u vidu materijala za istraživanje.

Gospodi Branku Srećkovu i Željku Bojoviću iz kompanije Neodent kao i gospođi Herti Pivarcsik iz kompanije KERR, veliko hvala na velikim količinama kompozita neophodnim za završetak ovog istraživanja.

Veliko hvala mojim životnim mentorima, majci i ocu, na svemu pruženom. Neizmerna ljubav, razumevanje, razgovor i podrška su bili od presudnog značaja za završetak istraživanja i pisanja.

Neveni i Marku koji su razlog za svakodnevno napredovanje i dalji rad. Hvala za pruženu ljubav, strpljenje, razumevanje, osmehe, igru.

# ISPITIVANJE JAČINE VEZE I ODNOSA ADHEZIVNIH SISTEMA SA TVRDIM ZUBNIM TKIVIMA MLEČNE I STALNE DENTICIJE

## ABSTRAKT

**UVOD:** Adhezija u restaurativnoj stomatologiji predstavlja vezu između materijala za ispune i tvrdih zubnih tkiva. Adhezivna sredstva u stomatologiji su materijali koji omogućavaju da se dve površine intimno spoje. Eksperimenti u vezi vezivanja smole za gleđ i dentin su počeli 1950. godine u Engleskoj kada je dr Oskar Hagger razvio hemijski polimerizujući monomer a njegov rad je uticao na razvoj ranih adhezivnih sistema. Važnije istraživanje se dogodilo 1955. godine kada je uvedena tehnika nagrizanja kiselinom od strane dr Buonocore-a, koji je predložio tretiranje gleđi 85% fosfornom kiselinom u trajanju od 30 sekundi. Istraživanja koja su usledila narednih godina, dovela su do toga da se koncentracija fosforne kiseline umanjila prvobitno na 50% a kasnije i na sadašnjih 32-37%. Postoje mnoge podele i klasifikacije adhezivnih sistema koje su nastale tokom njihovog razvoja. Klasifikacija novijeg datuma, prihvaćena u literaturi, deli savremene adhezivne sisteme u dve grupe u zavisnosti od pristupa prema kom se koriste: adhezivni sistemi sa nagrizanjem gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom i samonagrizajući adhezivni sistemi. Adhezivni sistemi sa nagrizanjem gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom predstavljaju sisteme sa potpunim nagrizanjem čvrstih zubnih tkiva koji se primenjuju u tri ili dve faze. Nagrizanje gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom koncentracije 30-40%, predstavlja prvu fazu primene ovih adhezivnih sistema bez obzira da li su u pitanju dvofazna ili trofazna sredstva. Samonagrizajući adhezivni sistemi ne zahtevaju nagrizanje ortofosfornom kiselinom kao zaseban korak tokom primene jer istovremeno nagrizaju i pripremaju gleđ i dentin. Ovakav efekat postiže zahvaljujući svojoj mogućnosti da prodiru kroz razmazni sloj i delimično rastvaraju hidroksiapatit, pri čemu se stvara zona infiltrirana smolom u kojoj se nalaze minerali. Univerzalni adhezivni sistemi predstavljaju novinu jer se mogu koristiti sa potpunim nagrizanjem gleđi i dentina ili kao samonagrizajući bez kompromitovanja dobrih osobina i jačine veze na dentinu. Pomenuti adhezivi su u stvari samonagrizajući sa mogućnošću prilagođavanja različitim kliničkim situacijama. Odluka o načinu primene ovih adhezivnih sistema se zasniva na proceni samog stomatologa u odgovarajućoj kliničkoj situaciji. Razlika u građi tvrdih zubnih tkiva mlečne i stalne denticije ukazuje da možda postoji razlika ne samo u primeni restaurativnih stomatoloških materijala već i u njihovom načinu primene. Kako bi se utvrdile značajne razlike u samim materijalima za ispune i njihovim osobinama vezanim za različite vrste denticije vrše se klinička i laboratorijska istraživanja. Cilj istraživanja ove Doktorske

disertacije je bio: ispitivanje jačine veze različitih adhezivnih sistema sa dentinom i gleđi mlečnih i stalnih zuba metodom mikroistezanja uzoraka ( $\mu$ TBS) i ispitivanje odnosa zub/adhezivni sistem/kompozitni materijal metodom skening elektron mikroskopije (SEM).

**MATERIJAL I METOD:** Ukupan broj ekstrahovanih humanih zuba upotrebljenih za istraživanje bio je 203: 98 mlečnih molara i 105 stalnih molara. Priprema uzoraka za test mikroistezanja urađena je prema predloženom protokolu Akademije za Stomatološke Materijale (Academy of Dental Materials). U ovom delu istraživanja je upotrebljen 161 zub: 77 mlečnih drugih molara i 84 stalna humana treća molara. Zubi su podeljeni u dve grupe: mlečni i stalni zubi. Dodatno su zubi raspoređeni u tri podgrupe prema primenjenoj adhezivnoj tehnici: tehnika potpunog nagrizanja gleđi i dentina, tehnika samonagrizanja i tehnika selektivnog nagrizanja. Materijali koji su korišćeni za istraživanje su svrstani u podgrupe na sledeći način: 1. tehnika potpunog nagrizanja gleđi i dentina - a. Opti Bond FL (KERR); b. Opti Bond Solo Plus (KERR); c. Adhese Universal (Ivoclar Vivadent); d. Single Bond Universal (3M ESPE); e. Single Bonding (DMP); 2. tehnika samonagrizanja - a. Opti Bond XTR (KERR); b. Opti Bond All-in-one (KERR); c. Adhese Universal (Ivoclar Vivadent); d. Evetric Bond (Ivoclar Vivadent); e. Single Bond Universal (3M ESPE); 3. tehnika selektivnog nagrizanja - a. Opti Bond All-in-one (KERR); b. OptiBond XTR (Kerr); c. Adhese Universal (Ivoclar Vivadent); d. Evetric Bond (Ivoclar Vivadent); e. Single Bond Universal (3M ESPE). Za podgrupe sa potpunim nagrizanjem gleđi i dentina i selektivno nagrizanje korišćena je 37.5% ortofosforna kiselina "Gel etchant" kompanije KERR. Za kompozitne nadogradnje je korišćen SonicFill Bulk kompozit kompanije KERR. Za ispitivanje odnosa adhezivnih sistema sa mlečnom i stalnom denticijom metodom skening elektron mikroskopije upotrebljeno je 42 zuba: 21 mlečni drugi molar i 21 treći humani molar. Zubi su sečeni u pločice koje su polirane silikon karbidnim papirom rastuće finoće zrna (320, 600, 1000, 1200) pod vodenim hlađenjem. Nakon obilnog ispiranja, uzorci su tretirani 37% ortofosfornom kiselinom u trajanju od 30 sekundi nakon čega su ispirani vodom. Uzorci su zatim potapani u 2% rastvor natrijum hipohlorita 10 minuta kako bi se uklonio organski sadržaj i omogućilo posmatranje odnosa adhezivnih sistema sa tvrdim zubnim tkivima. Nakon sušenja vazdušnim mlazom bez ulja, uzorci su napareni zlatom (Bal-Tec SCD 005 Sputter Coater, Balzers, Lihtenštajn) a zatim posmatrani u skening elektron mikroskopu (JEOL-JSM-6460LV, Tokio, Japan) pod uvećanjima 250, 500, 1000, 1500 i 2000 puta.

**REZULTATI:** Srednje vrednosti jačine veze ispitivanih adheziva se kreću od 7.1 MPa (Opti Bond All-In-One) do 24.14 MPa (OptiBond XTR) na gleđi stalnih zuba, 9.36 MPa (Opti

Bond All-In-One) do 25.98 MPa (OptiBond FL) na gleđi mlečnih zuba, 10.53 MPa (Opti Bond All-In-One) do 29.77 MPa (OptiBond XTR) na dentinu stalnih zuba i 9.9 MPa (Opti Bond All-In-One) do 29.95 MPa (OptiBond XTR) na dentinu mlečnih zuba. Adhezivni sistemi OptiBond FL i OptiBond Solo Plus su pokazali statistički značajno više vrednosti jačine veze na gleđi mlečnih zuba u odnosu na stalnu denticiju. Samonagrizajući adhezivni sistemi OptiBond XTR i Evetric Bond kao i univerzalni adhezivni sistem Single Bond Universal pokazali su statistički značajno više vrednosti jačine veze uz dodatno nagrizanje kiselinom na gleđi stalne denticije. Na gleđi i dentinu, samonagrizajući adhezivni sistem Opti Bond All-In-One je pokazao statistički značajno niže vrednosti jačine veze u poređenju sa ostalim ispitivanim adhezivnim sistemima bez obzira na vrstu denticije. Na zabeleženim SEM snimcima ne postoje značajne morfološke razlike spoja kompozit/adhezivni sistem/gleđ između ispitivanih adhezivnih sistema. Uočava se intiman kontakt između kompozita, adhezivnog sistema i gleđi. Prisutne razlike se mogu objasniti morfološkim karakteristikama gleđi različitih zuba, nedostacima u okviru kompozitnog materijala i tragovima obrade tokom pripreme uzorka za mikroskopiju. Bez obzira na tip denticije, na snimcima se uočavaju karakteristike gleđnih prizmi i njihov pravac pružanja. Debljina adhezivnog sloja varira od oko 2 do 10 $\mu$ m. Ispitivanjem odnosa adhezivnih sistema sa dentinom mlečne i stalne denticije uočene su razlike u dobijenim rezultatima. Na uzorcima adhezivnih sistema sa nagrizanjem ortofosfornom kiselinom, OptiBond FL i OptiBond Solo Plus, uočava se prisustvo većeg broja produžetaka smole sa lateralnim nastavcima. Formirani produžeci smole su pravilog oblika, dužine i preko 40  $\mu$ m. Adhezivni sistem sa nagrizanjem kiselinom Single Bonding je pokazao različite rezultate na dentinu mlečnih i stalnih zuba. Na dentinu mlečnih zuba nije bilo prisutnih produžetaka smole, ni pukotine između adhezivnog sloja i dentina. Na slici odnosa istog materijala sa dentinom stalnih zuba uočava se veći broj produžetaka smole sa lateralnim nastavcima. Produžeci smole su pravilnog oblika. Pregledom uzorka samonagrizajućih adhezivnih sistema primećene su razlike u morfološkim karakteristikama spoja sa dentinom mlečnih i stalnih zuba. OptiBond XTR karakteriše prisustvo velikog broja produžetaka smole sa lateralnim nastavcima na dentinu mlečnih i stalnih zuba. Produžeci smole su pravilnog oblika, dužine preko 40  $\mu$ m. Samonagrizajući adhezivni sistem OptiBond All-in-one je pokazao dvojake rezultate na dentinu mlečnih i stalnih zuba. Na dentinu mlečnih zuba se može videti veći broj produžetaka smole pravilnog oblika dužine preko 40  $\mu$ m. Takođe su uočljivi lateralni nastavci produžetaka smole u manjem broju. Na dentinu stalnih zuba nije bilo prisutnih produžetaka smole. Univerzalni adhezivni sistemi nisu pokazali značajnu međusobnu razliku u odnosu sa dentinom. Na svim slikama se uočava

karakteristična građa dentina u vidu dentinskih tubula. Na slikama mlečne denticije se može uočiti da su dentinski tubuli nepravilnijeg rasporeda i veličine u odnosu na stalnu denticiju. Debljina adhezivnog sloja varira od 2 do 20 $\mu$ m.

**ZAKLJUČAK:** Na osnovu rezultata ovog istraživanja mogu se izvesti sledeći zaključci: 1. adhezivni sistemi OptiBond Solo Plus (Kerr) i OptiBond FL (Kerr) (sistemi sa potpunim nagrizzanjem) su ostvarili jaču snagu veze na gleđi mlečnih zuba u odnosu na gleđ stalnih zuba; 2. samonagrizzajući adheziv OptiBond XTR (Kerr) je ostvario više vrednosti jačine veze na dentinu mlečne i stalne denticije u odnosu na druge ispitivane adhezivne sisteme; 3. samonagrizzajući adhezivi OptiBond XTR (Kerr) i Evetric Bond (Ivoclar Vivadent) kao i univerzalni adheziv Single Bond Universal (3M ESPE) su ostvarili više vrednosti jačine veze na gleđi stalne denticije uz dodatni korak nagrizzanja ortofosfornom kiselinom; 4. OptiBond All-In-One adhezivni sistem (Kerr) je ostvario najslabiju vezu u odnosu na ostale materijale kako na gleđi tako i na dentinu mlečnih i stalnih zuba; 5. selektivno nagrizanje može poboljšati jačinu veze između ispitivanih adhezivnih sistema i gleđi stalnih zuba; 6. nagrizanje ortofosfornom kiselinom nije uticalo na jačinu veze sa gleđi mlečnih zuba ni kod jednog ispitivanog samonagrizzajućeg niti univerzalnog adhezivnog sistema.

**Ključne reči:** adhezivi, potpuno nagrizanje, samonagrizzajući, univerzalni, snaga veze, mikroistezanje, mlečni, stalni

**Naučna oblast:** stomatologija

**Uža naučna oblast:** dečja stomatologija

**UDK broj:** 615.46:616.314(043.3)

# **INVESTIGATION OF BOND STRENGTH AND INTERFACE BETWEEN ADHESIVE SYSTEMS AND HARD DENTAL TISSUES OF DECIDUOUS AND PERMANENT DENTITION**

## **ABSTRACT**

**INTRODUCTION:** Adhesion in restorative dentistry represents a relation between dental materials and hard dental tissues which may be affected by many factors such as tooth characteristics etc. Adhesive systems in dentistry are materials which allow intimate connection of two different surfaces. Experiments in dental adhesion began in 1950s in England when dr Oscar Hagger developed a first chemically polymerized monomer. His work influenced further development of dental adhesives. In 1955 a breakthrough happened when dr Buonocore suggested enamel acid etching technique using 85% phosphoric acid for 30 seconds. Research that followed decreased acid concentration to 50% and later to contemporary 32-37%. Researches have continued investigations on adhesive systems and adhesive procedure improvements and their work led to current seventh generation of adhesive systems. There are many classifications of adhesive systems which were suggested during their development. The latest classification which is accepted in the literature suggests two groups according to the adhesive approach: total etch adhesive systems using acid etching technique and selfetching adhesive systems. Total etch adhesive systems represent systems which may be used in two or three steps or phases. Enamel and dentin etching with 30-40% orthophosphoric acid is the first step in application of these materials regardless of the number of application phases of these systems. Selfetching adhesive systems do not require acid etching as a separate step because they prime and condition enamel and dentine at the same time. This effect is achieved by their possibility to incorporate smear layer and partially dissolve hydroxyapatite which leads to resin infiltrated zone with minerals. Universal adhesive systems are the latest improvement since they may be used with or without acid etching step. Either way, all the advantages and good bond strength on dentin are kept. These adhesives are selfetching but have an ability to adjust to different clinical situations. The decision on adhesion procedure of these systems is left to the operator depending on their experience and wish in relation on the case. Difference in hard dental tissues composition of deciduous and permanent dentition suggests a possible difference in adhesive systems application. In order to determine significant differences in materials and their interaction with different types of dentition clinical and laboratory investigations are conducted. The aim of this doctoral dissertation was: bond strength investigation of different adhesive systems on dentin and enamel of deciduous and permanent teeth by microtensile bond strength ( $\mu$ TBS)

test and tooth/adhesive system/composite resin interface investigation using scanning electron microscopy (SEM).

**MATERIAL AND METHOD:** 98 deciduous molars and 105 permanent molars, 203 extracted human teeth in total were used in this investigation. Preparation and the microtensile bond strength test were conducted according to the protocol suggested by Academy of Dental Materials. 77 deciduous second molars and 84 permanent third human molars, 161 extracted human teeth in total were used in this part of the research. Teeth were divided in two groups: deciduous and permanent teeth. Additionally, teeth were divided in three subgroups according to the adhesive approach: total etching, selfetching and selective etching technique. Tested materials were divided: 1. Total etch approach - a. Opti Bond FL (KERR); b. Opti Bond Solo Plus (KERR); c. Adhese Universal (Ivoclar Vivadent); d. Single Bond Universal (3M ESPE); e. Single Bonding (DMP); 2. selfetch approach - a. Opti Bond XTR (KERR); b. Opti Bond All-in-one (KERR); c. Adhese Universal (Ivoclar VIvadent); d. Evetric Bond (Ivoclar Vivadent); e. Single Bond Universal (3M ESPE); 3. selective etch approach - a. Opti Bond All-in-one (KERR); b. OptiBond XTR (Kerr); c. Adhese Universal (Ivoclar Vivadent); d. Evetric Bond (Ivoclar Vivadent); e. Single Bond Universal (3M ESPE). Gel etchant 37.5% by KERR was used for total etch and selective etch approach. SonicFill Bulk by KERR was used for all the composite build ups. 21 deciduous second molars and 21 permanent third molars, 42 human extracted teeth in total were used for scanning electron microscopy interface investigation. Teeth were cut in slabs which were polished with silicon carbide paper grit 320, 600, 1000, 1200 under water cooling. After rinsing, samples were etched with 37% orthophosphoric acid for 30 seconds and rinsed again. Afterwards samples were immersed in 2% sodium hypochlorite solution for 10 minutes in order to remove organic matter which would omit image quality. After drying procedure with oil free air, samples were gold sputtered (Bal-Tec SCD 005 Sputter Coater, Balzers, Liechtenstein) and observed in scanning electron microscope (JEOL-JSM-6460LV, Tokio, Japan) under different magnifications (250, 500, 1000, 1500, 2000).

**RESULTS:** Microtensile bond strength values of investigated adhesive systems range from 7.1 MPa (Opti Bond All-In-One) to 24.14 MPa (OptiBond XTR) on enamel od permanent teeth, 9.36 MPa (Opti Bond All-In-One) to 25.98 MPa (OptiBond FL) on enamel of deciduous teeth, 10.53 MPa (Opti Bond All-In-One) to 29.77 MPa (OptiBond XTR) on dentin of permanent teeth and 9.9 MPa (Opti Bond All-In-One) to 29.95 MPa (OptiBond XTR) on dentin of deciduous teeth. Adhesive systems OptiBond FL and OptiBond Solo Plus have achieved statistically significant higher bond strength values on deciduous enamel compared

to permanent enamel. Selfetching adhesive systems OptiBond XTR i Evetric Bond and a universal adhesive system Single Bond Universal showed statistically higher bond strength values when acid etching was added on enamel of permanent teeth. On enamel and dentin selffetching adhesive system Opti Bond All-In-One showed statistically lower bonds strength values compared to all the other adhesive systems that were tested on deciduous and permanent teeth. On dentin there was no statistically significant difference between other tested adhesive systems. On SEM images there were no morphological significant differences in composite/adhesive system/enamel interface between tested adhesive systems. Differences that are seen come from morphological characteristics of enamel, defects in composite material and traces of handling during specimen preparation for microscopy. In both dentitions, deciduous and permanent, characteristics of enamel prisms are seen as well as their spread direction. Adhesive layer depth varies from 2 to 10 $\mu$ m. During investigation of interface on dentin of both dentitions certain differences in derived results were noted. On samples of total etched adhesive systems, OptiBond FL and OptiBond Solo Plus, a presence of many resin tags and lateral resin tags are noted. These resin tags are regularly shaped, over 40 $\mu$ m in length. Total etch adhesive system Single Bonding showed different results on dentin of deciduous and permanent teeth. On dentin of deciduous teeth there are no resin tags and no crack is noted between adhesive system and dentin. Image of the same material on dentin of permanent teeth shows many resin tags with lateral tags. Resin tags are regularly shaped. On selffetch adhesive system images differences in morphological characteristics of the interface on dentin of primary and permanent teeth were noted. OptiBond XTR is characterized by many resin tags with lateral tags on dentin of both dentitions. Resin tags are regularly shaped, over 40  $\mu$ m in length. Selfetch adhesive system OptiBond All-in-one showed different results on dentin of primary and permanent dentition. On primary teeth dentin there are many resin tags which are regularly shaped and over 40 $\mu$ m in length. Lateral tags are noted as well. On permanent teeth dentin there are no resin tags, nor visible cracks between the adhesive layer and dentin. Universal adhesive systems have not shown a significant difference on dentin. On all the dentin images dentin tubules are noted. In primary teeth dentin tubules are irregular in arrangement and size compared to permanent teeth dentin. Adhesive layer width varies from 2 to 20 $\mu$ m. Smaller defects are noticed on composite as a result of specimen preparation.

**CONCLUSION:** Based on the results derived from this investigation following conclusions were made: 1. adhesive systems OptiBond Solo Plus (Kerr) and OptiBond FL (Kerr) (total etch systems) have achieved higher bond strength values in primary teeth enamel compared to other tested adhesive systems; 2. Selffetching adhesive system OptiBond XTR (Kerr) has

achieved higher bond strength values on dentin and enamel of primary and permanent dentition compared to other tested adhesive systems; 3. selfetch adhesives OptiBond XTR (Kerr) and Evetrc Bond (Ivoclar Vivadent) as well as universal adhesive Single Bond Universal (3M ESPE) have achieved higher bond strength values on enamel of permanent teeth when acid etching is added as a separate step; 4. OptiBond All-In-One (Kerr) adhesive system has achieved the lowest bond strength compared to other tested materials regardless of the dentition; 5. Selective etching may improve bond strength values between tested adhesive systems and permanent teeth enamel; 6. acid etching on primary teeth enamel has not influenced bond strength values of any tested selfetch nor universal adhesive systems.

**Key words:** adhesives, total etch, selfetch, universal, bond strength, microtensile, deciduous, primary, permanent

**Scientific field:** dentistry

**Narrow scientific field:** pediatric dentistry

**UDC number:** 615.46:616.314(043.3)

## SADRŽAJ:

1.	Uvod.....	1
1.1.	Sastav adhezivnih sistema.....	2
1.2.	Podela adhezivnih sistema.....	3
1.2.1.	Adhezivni sistemi sa nagrizzanjem gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom.....	5
1.2.2.	Samonagrizzajući adhezivni sistemi.....	6
1.2.3.	Univerzalni adhezivni sistemi.....	8
1.2.4.	Primena savremenih adhezivnih sistema.....	8
1.3.	Razlika između mlečne i stalne denticije.....	9
1.4.	Ispitivanja stomatoloških materijala.....	10
2.	Cilj.....	13
3.	Materijal i metod.....	14
3.1.	Ispitivanje jačine veze adhezivnih sistema mikroistezanjem ( $\mu$ TBS).....	14
3.1.1.	Podela zuba po grupama/podgrupama.....	15
3.1.2.	Priprema uzoraka za ispitivanje jačine veze adhezivnih sistema mikroistezanjem ( $\mu$ TBS).....	16
3.1.2.1.	Priprema uzoraka za $\mu$ TBS na gleđi.....	16
3.1.2.2.	Priprema uzoraka za $\mu$ TBS na dentinu.....	17
3.1.2.3.	Adhezivna procedura.....	17
3.1.3.	$\mu$ TBS test.....	19
3.1.4.	Statistička analiza rezultata.....	22
3.2.	Ispitivanje odnosa adhezivnih sistema sa mlečnom i stalnom denticijom metodom skening elektron mikroskopije (SEM).....	22
4.	Rezultati.....	24
4.1.	Jačina veze $\mu$ TBS sa Zubima mlečne i stalne denticije.....	24
4.1.1.	Jačina veze adhezivnih sistema sa gleđi mlečne i stalne denticije.....	24
4.1.2.	Jačina veze adhezivnih sistema sa dentinom mlečne i stalne denticije.....	26
4.2.	Odnos adhezivnih sistema sa mlečnom i stalnom denticijom.....	28
4.2.1.	Odnos adhezivnih sistema sa gleđi mlečnih i stalnih zuba.....	28
4.2.2.	Odnos adhezivnih sistema sa dentinom mlečnih i stalnih zuba.....	42
5.	Diskusija.....	51
5.1.	Diskusija rezultata jačine veze.....	51

5.2.	Diskusija odnosa adhezivnih sistema sa gledi i dentinom mlečne i stalne denticije.....	59
5.3.	Klinički značaj i primena rezultata istraživanja.....	62
6.	Zaključak.....	63
7.	Literatura.....	64
8.	Biografija.....	75

## 1. UVOD

Adhezija predstavlja pripajanje, privlačnost i spajanje dve površine koje leže jedna naspram druge. Takođe se definiše kao fizičko privlačenje nejednakih molekula različitih tela i sposobnost dve površine da se lepe za drugi materijal. Razlikuju se: fizička, hemijska i mehanička adhezija. Fizička adhezija predstavlja vezu dva materijala koja se ostvaruje delovanjem međumolekulskih privlačnih sila (Van der Vals). Hemijska adhezija podrazumeva vezu koja se bazira na formiranju primarnih valentnih veza (kovalentne, jonske, kordinativne), dok se mehanička temelji na hrapavosti dodirnih površina (1, 2).

U restaurativnoj stomatologiji adhezija predstavlja vezu između materijala za ispune i tvrdih zubnih tkiva, na koju utiču mnogi faktori, kao što su npr. strukturne karakteristike tvrdih zubnih tkiva. Adhezivna sredstva u stomatologiji su materijali koji omogućavaju da se dve površine intimno spoje (1, 2).

Adhezivni sistemi u stomatologiji su u početku razvijani sa ciljem da se ostvari što bolja veza između gleđi i restaurativnih materijala za zubne ispune, da bi kasnijim razvojem počeli da se primenjuju u skoro svim granama stomatologije (restaurativna stomatologija, endodoncija, ortopedija vilica, parodontologija, protetika, oralna i maksilofacijalna hirurgija). Ipak, najčešća primena adhezivnih sistema je i dalje u restauraciji karijesnih i traumatizovanih zuba stalne i mlečne denticije gde su adhezivi postali nezamenljivi, ali istovremeno još uvek nedovoljno tehnološki razvijeni sistemi čiji je cilj da uspešno, sigurno i trajno vezuju estetski materijal za čvrsta zubna tkiva. Ovu tvrdnju podržavaju mnogobrojna laboratorijska i klinička istraživanja koja i pored intenzivnog tehnološkog razvoja adheziva ukazuju na nedostatak sigurne fizičke i hemijske veze između kompozitnih ispuna i zubnih struktura (3). Ovaj nedostatak je najčešće posledica hemijskih i fizičkih karakteristika dentina sa jedne i adhezivnih sistema i kompozitnih materijala sa druge strane, što za posledicu ima stvaranje pukotina kroz koje prodiru mikroorganizmi i oralni fluidi što može dovesti do rubnog prebojavanja, pojave sekundarnog karijesa te komplikacija u vidu oboljenja pulpe (4).

Pedesetih godina dvadesetog veka, uvođenjem tehnike nagrizanja rubova kaviteta uz kasniju primenu adhezivnih sredstava rešen je problem rubnog zaptivanja između gleđi i kompozita, ali veza između dentina, adhezivnih sistema i kompozitnih materijala još uvek predstavlja izazov za istraživače i kliničare. Dok je tehnološki razvoj estetskih restaurativnih materijala ubrzano napredovao, adhezivni sistemi još uvek ne ispunjavaju sve željene osobine.

Glavni problem predstavlja dentin zbog slabije mineralizacije od gleđi, prisustva kolagena, hidrofilnosti, malog površinskog napona, mnoštva dentinskih kanalića ispunjenih

protoplazmatskim produžecima i dentinskom tečnošću i zbog razmaznog sloja o čijem značaju u adheziji još postoje različita mišljenja (5, 6).

Iako se dr Michael Buonocore smatra prvim pravim pionirom adhezivne stomatologije, eksperimenti u vezi vezivanja smole za gleđ i dentin su počeli 1950. godine u Engleskoj. Dr Oskar Hagger je razvio hemijski polimerizujući monomer (7) a njegov rad je uticao na razvoj ranih adhezivnih sistema. Znatno važnije istraživanje sa stanovišta adhezivne stomatologije se dogodilo 1955. godine kada je uvedena tehnika nagrizanja kiselinom od strane dr Buonocore-a (8), koji je predložio tretiranje gleđi 85% fosfornom kiselinom u trajanju od 30 sekundi. Istraživanja koja su usledila narednih godina, dovela su do toga da se koncentracija fosforne kiseline umanjila prvobitno na 50% (9) a kasnije i na sadašnjih 32-37%. Istraživači su na osnovu prethodnih saznanja nastavili da rade na unapređenju adhezivnih procedura i kao rezultat tih istraživanja, adhezivni sistemi su se razvili do trenutno aktuelne sedme generacije (10).

### **1.1. Sastav adhezivnih sistema**

Jedna od prekretnica u svetu adhezivne stomatologije bila je 1965. godina kada je Bowen patentirao BisGMA (bisfenol A-glicidil metakrilat) koji je postao glavni i nezaobilazni deo savremenih kompozitnih materijala i adhezivnih sistema (11).

Svi adhezivni sistemi kao svoje osnovne sastojke sadrže monomere smole, inicijatore, inhibitore i rastvarače (12).

Monomeri mogu biti umreživački, funkcionalni i intermedijarni i kao takvi mogu graditi trodimenzionalne polimerne mreže (umreživački), omogućavati interakciju adhezivnih sistema sa zubnim tkivima (funkcionalni) ili vršiti obe funkcije (intermedijarni) (11). BisGMA, UDMA (uretan dimetakrilat) i TEGDMA (trietilen glikol dimetakrilat) predstavljaju umreživačke monomere koji svojom proporcijom utiču na stepen konverzije, mehaničke osobine i otpornost na degradaciju u oralnoj sredini. HEMA (2-hidroksimetil metakrilat) je funkcionalni monomer koji se najčešće koristi zahvaljujući svojoj hidrofilnosti i mogućnosti da pruža kvašenje dentina, služi kao promoter adhezije i poboljšava adheziju tj. jačinu veze (11-17), dok je PENTA (dipenta eritol penta akrilat) predstavnik grupe intermedijarnih monomera i ima sposobnost nagrizanja gleđi i dentina i poboljšanja adhezije (11, 18).

Savremeni adhezivni sistemi i kompozitni materijali se polimerizuju svetlosno a inicijaciju polimerizacije najčešće vrši kamforkinon. Iako je inicijator zastupljen u malom

procentu (0.1-1% zapremine), izrazito žuta boja kamforkinona može uticati nepovoljno na estetiku restauracije te se on delimično ili u potpunosti može zameniti inicijatorima svetlige nijanse, kao što su lucerin TPO i fenilpropandion (11, 19).

Inhibitori predstavljaju deo materijala zadužen da spreči spontanu polimerizaciju materijala dok rastvarači redukuju viskoznost smola, povećavaju hidrofilnost i kvašenje radi poboljšanja veze sa zubnim tkivima. Najčešće korišćeni rastvarači su voda, aceton i etanol (11-13, 17). Izbor rastvarača značajno utiče na funkcionalnost adhezivnih sistema (20). Voda predstavlja loš rastvarač organskih materija ali su adhezivni sistemi koji sadže vodu kao rastvarač manje tehnički osetljivi prilikom primene iako im treba više vremena za isparavanje rastvarača za razliku od sistema koji sadrže aceton. Adhezivni sistemi koji sadrže aceton imaju odlične rezultate na vlažnom dentinu ali su se jako loše pokazali na presušenom dentinu i zahvaljujući hemijskoj strukturi imaju kraći rok trajanja što se objašnjava isparavanjem acetona prilikom svakog otvaranja boce u kojoj se nalazi adhezivno sredstvo. Adhezivni sistemi koji sadrže etanol odlično reaguju na raspršivanje pusterom (13, 17).

## **1.2. Podela adhezivnih sistema**

Zahtev pacijenata za što savršenijim estetskim rešenjem uz istovremeno što jednostavniju primenu vodio je ka ubrzanim tehnološkom razvoju estetskih stomatoloških materijala a samim tim i adhezivnih sistema. Za relativno kratak vremenski period, od svega pedeset godina, adhezivni sistemi su napredovali kako u smislu jačine veze za gleđ i dentin tako i u smislu pojednostavljenja njihove kliničke primene (10). Ovakav napredak tehnologije, kompozitnih materijala i adhezivnih sistema je izmenio stomatologiju u osnovi i doveo do toga da se defekti u zubnom tkivu mogu nadoknaditi bez nepotrebnog uklanjanja zdravog tkiva (21).

Postoje mnoge podele i klasifikacije adhezivnih sistema koje su nastale tokom njihovog razvoja. Prvobitna podela je bila na adhezivne sisteme za gleđ, adhezivne sisteme za gleđ i dentin i adhezivne sisteme za dentin ali je ovakva vrsta podele adhezivnih materijala relativno brzo napuštena.

Najviše korišćena podela je klasifikacija po generacijama koja predstavlja hronološki razvoj adhezivnih sistema i govori o vremenu pojavljivanja na tržištu (6, 11, 19, 22-24).

Prva generacija adhezivnih sistema se pojavila sedamdesetih godina XX veka. Postignuta je dobra veza sa nagriženom gleđi pomoću mehaničke retencije ali je veza sa dentinom

predstavljala problem i bila jačine svega oko 2 MPa. Neki autori čak ovoj generaciji ne dodeljuju naziv adhezivnih sistema (19, 23).

Druga generacija se pojavila osamdesetih godina, a činile su je nepunjene smole sa aditivima. Ovi adhezivi ostvarivali su bolju vezu sa dentinom u odnosu na prvu generaciju, mada i dalje jako niskih vrednosti od 2-8 MPa. Svoju vezu su ostvarivali sa razmaznim slojem na površini dentina (19, 23).

Treća generacija adhezivnih sistema se pojavila krajem osamdesetih godina, u obliku dvokomponentnih sistema koji su ostvarivali bolju vezu sa dentinom zahvaljujući hemijskoj pripremi dentina prajmerom. Jačina veze ovih adhezivnih sistema sa dentinom je dostizala 9-15 MPa što je omogućilo restauraciju kaviteta bez makromehaničke retencije (19, 23).

Četvrta generacija adhezivnih sistema se pojavila devedesetih godina i uspela je da na dentinu stvori hibridni sloj, zahvaljujući pripremi dentina. Kod ove generacije adhezivnih sistema je uključen i prihvaćen princip nagrizanja gleđi i dentina gde se tretmanom dentina postiže uklanjanje razmaznog sloja, otvaraju se dentinski kanalići a kolagena vlakna stvaraju mrežu koja zajedno sa monomerima adhezivnog sistema čini hibridni sloj. U ovoj generaciji adheziva se po prvi put pojavljuju i produžeci smole koje formira adheziv prodiranjem u dentinske kanaliće (19).

Peta generacija se takođe pojavljuje devedesetih godina i predstavlja tehnološki pomak u smislu pojednostavljenja primene adhezivnih sistema. Ovi adhezivni sistemi objedinjuju prajmer i adheziv u jednoj boci a zadržavaju dobre osobine prethodne generacije u smislu postojanosti i jačine veze (19).

Šesta generacija adhezivnih sistema se na tržištu pojavljuje krajem devedesetih godina i isključuje nagrizanje ortofosfornom kiselinom. Ovi adhezivni sistemi koriste odvojeno prajmer i adheziv pri čemu se adheziv nanosi na zubna tkiva nakon delovanja prajmera koji ostaje u kavitetu. Ova generacija adhezivnih sistema ostvaruje slabiju vezu sa gleđi ali se takođe primećuje i manja učestalost postoperativne preosetljivosti (19).

Sedma generacija adhezivnih sistema se takođe pojavljuje krajem devedesetih godina i predstavlja revoluciju u smislu jednostavnosti. Ovi adhezivi se nazivaju i sve u jednom (all-in-one) jer sadrže kiselinu, prajmer i bond u istom rastvoru. Veza sa gleđi je slabija ali je i postoperativna preosetljivost neznatna (6, 19).

Iako je podela po generacijama najrasprostranjenija, takav vid klasifikacije ne pruža informacije o hemijskom sastavu adhezivnih sistema, njihovoj vezi sa zubnim tkivima ili kliničkoj primeni. Samim tim, predložene su i prihvaćene podele novijeg datuma koje bolje objašnjavaju adhezivne sisteme a ujedno su i jednostavnije.

Klasifikacija prema Van Meerbeeku i saradnicima govori o uticaju adhezivnih sistema na razmazni sloj (25):

1. Adhezivni sistemi koji modifikuju razmazni sloj
2. Adhezivni sistemi koji uklanjaju razmazni sloj
3. Adhezivni sistemi koji rastvaraju razmazni sloj

Klasifikacija novijeg datuma, prihvaćena u literaturi, deli savremene adhezivne sisteme u dve grupe u zavisnosti od pristupa prema kom se koriste (26).

Prema De Munck-u (27) postoje dve grupe:

1. Adhezivni sistemi sa nagrizzanjem gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom
2. Samonagrizzajući adhezivni sistemi

Ovim dvema grupama se danas može dodati još jedna grupa koju čine univerzalni adhezivni sistemi.

#### 1.2.1. Adhezivni sistemi sa nagrizzanjem gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom

Adhezivni sistemi sa nagrizzanjem gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom predstavljaju sisteme sa potpunim nagrizzanjem čvrstih zubnih tkiva koji se primenjuju u tri ili dve faze te se mogu podeliti na trofazna i dvofazna sredstva sa potpunim nagrizzanjem (6, 11, 22, 23). Nagrizzanje gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom koncentracije 30-40%, predstavlja prvu fazu primene ovih adhezivnih sistema bez obzira da li su u pitanju dvofazna ili trofazna sredstva. Ukoliko se radi o trofaznim sredstvima, svrstanim u četvrtu generaciju po jednoj od klasifikacija, drugu fazu predstavlja primena prajmera dok treću predstavlja primena adheziva. Kod dvofaznih sistema, koji su „pojednostavljeni”, tj predstavljaju kombinaciju prajmera i adheziva u jednoj boci i pripadaju petoj generaciji, druga faza predstavlja primenu samog materijala (16, 27, 28).

Dok se adhezija sa gleđi smatra predvidljivom i sigurnom, dentin zbog svoje građe još uvek predstavlja problem za adhezivne sisteme. Nagrizzanje kiselinom na gleđi pruža duži životni vek kompozitnim restauracijama, poboljšava marginalnu adaptaciju i umanjuje mogućnost pojave sekundarnog karijesa i postoperativne preosetljivosti (29). Dejstvo kiseline na dentinu zavisi od vrste, dubine dentina i orijentacije dentinskih tubula (30-33). Primenu kiseline bi trebalo ograničiti na 15 sekundi zbog uticaja na strukturu eksponiranih kolagenih vlakana. Breschi i saradnici su pokazali da nagrizzanje dentina 35% ortofosfornom kiselinom dovodi do rastvaranja kristala minerala oko kolagenih vlakana bez oštećenja njihove strukture dok produženo nagrizzanje izaziva strukturne promene te umanjuje mogućnost stvaranja

odgovarajuće veze (34). Aplikacija i ispiranje kiseline na dentinu dovodi do uklanjanja razmaznog sloja, otvaranja dentinskih kanalića te demineralizacije površinskih slojeva intertubularnog dentina 3-5 mikrometara što dovodi do odvajanja kolagenih vlakana od hidroksiapatita (6, 19). Prodiranjem monomera adhezivnog sredstva stvara se hibridni sloj koji omogućuje stabilnu i kvalitetnu vezu (6, 19, 35). Kako bi penetracija monomera adhezivnih sredstava bila moguća, neophodno je da ne dođe do kolapsa kolagenih vlakana u čemu pomaže voda. U literaturi je ovaj postupak opisan kao „wet bonding” (36). „Wet bonding” predstavlja tehniku gde se nakon ispiranja kiseline dentin ostavlja vlažan kao potpora kolagenim vlaknima. Aceton, koji se koristi kao rastvarač, bi trebalo da istisne višak vode oko kolagenih vlakana i istovremeno unese monomere smole u ove prostore. Sušenjem vazduhom isparava voda i rastvarač te kolagena vlakna ostaju prožeta monomerima smole (6). Obzirom da je uklanjanje vode najosetljiviji korak u ovoj tehnici primene adhezivnih sistema, previše vode može dovesti do nanopropustljivosti, povećana vлага do nepotpune polimerizacije a samim tim i lošijih mehaničkih osobina adhezivnog sloja (37, 38), pri čemu je klinički nemoguće odrediti odgovarajuću vlažnost dentina (39, 40). Tehnika „wet bonding” adhezivnim sistemima koji sadrže etanol predstavlja napredak u odnosu na tehniku gde je rastvarač voda. Adhezivni sistemi koji sadže etanol umesto vode pokazali su veću izdržljivost, dugotrajnost i postojanost veze, adhezivnog sloja kao i veću jačinu veze (41, 42).

### 1.2.2. Samonagrizajući adhezivni sistemi

Adhezivni sistemi novije generacije pojednostavljaju proceduru primene i samim tim omogućavaju brži rad u kliničkim uslovima (43). Samonagrizajući adhezivni sistemi ne zahtevaju nagrizanje ortofosfornom kiselinom kao zaseban korak tokom primene jer istovremeno nagrizaju i pripremaju gleđ i dentin. Ovakav efekat postižu zahvaljujući svojoj mogućnosti da prodiru kroz razmazni sloj i delimično rastvaraju hidroksiapatit, pri čemu se stvara zona infiltrirana smolom u kojoj se nalaze minerali (44). Zbog prethodno navedenog ispiranje kiseline ne postoji kao dodatni korak te se za ove adhezivne materijale tvrdi da su jednostavniji za upotrebu, u smislu jednostavnosti procedure i brzine primene ukoliko se porede sa adhezivnim sistemima sa potpunim nagrizanjem gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom (44). Samonagrizajućim adhezivnim sistemima je neophodna voda za process demineralizacije, ali voda može biti i razlog za nižu jačinu veze koju ovi sistemi postižu sa zubnim tkivima (16, 27, 45). Dodatno, samonagrizajući sistemi se ponašaju kao propustljive membrane zbog čega tečnost iz dentina može uticati na spoj adhezivnog sredstva i

kompozitnog materijala i dovesti do degradacije adhezivnog spoja što ugrožava dugotrajnost veze (46-48). Dok se snaga veze samonagrizajućih adhezivnih sistema sa dentinom smatra pouzdanom i pruža zadovoljavajuću jačinu veze, veza ovih adheziva sa gleđi predstavlja problem tim pre ukoliko je gleđ intaktna tj ukoliko je na gleđi prisutan aprizmatični sloj (26, 49-51). Za aprizmatični sloj gleđi je poznato da je manje propustljiv za adheziv i njegovo uklanjanje je preporučljivo kako bi se jačina veze sa gleđi poboljšala (52-55).

Podela samonagrizajućih adhezivnih sistema se bazira na interakciji sa dentinom i njihovoj kiselosti (16, 56, 57). Ovi adhezivni sistemi se mogu podeliti na tri podgrupe:

1. Samonagrizajući adhezivni sistemi izražene kiselosti ( $\text{pH} < 1$ )
2. Samonagrizajući adhezivni sistemi srednje kiselosti ( $\text{pH} \approx 1.5$ )
3. Samonagrizajući adhezivni sistemi blage kiselosti ( $\text{pH} > 2$ ).

Samonagrizajući adhezivni sistemi izražene kiselosti potpuno rastvaraju razmazni sloj. Morfološke karakteristike adhezivnog spoja koji ovi adhezivni sistemi formiraju na dentinu podsećaju na adhezivne sisteme sa potpunim nagrizzanjem (58). Veza koju ovi sistemi ostvaruju sa dentinom je na bazi difuzije a hibridni sloj je debljine 2-3 mikrometara (6). Iako podsećaju na adhezivne sisteme sa potpunim nagrizzanjem, jačina veze koju ostvaruju sa zubnim tkivom je niža, naročito na dentinu (16, 59).

Samonagrizajući adhezivni sistemi srednje kiselosti površinski demineralizuju dentin i stvaraju tanji adhezivni spoj. Ovi adhezivni sistemi ostavljaju dovoljnu količinu hidroksiapatita oko kolagenih vlakana koji može da posluži kao receptor za ostvarivanje hemijske veze sa funkcionalnim monomerima (6, 44).

Samonagrizajući adhezivni sistemi blage kiselosti otkrivaju tek površinski sloj kolagenih vlakana na dentinu i stvaraju tzv zonu nanointerakcije (60). Dejstvom ovih adhezivnih sistema se razmazni sloj ne uklanja već se rastvara i postaje deo tankog hibridnog sloja (6).

Snaga veze samonagrizajućih adhezivnih sistema sa dentinom je na zadovoljavajućem nivou (50), ali veza sa gleđi još uvek izaziva brigu i zainteresovanost (49-51), naročito ako se govori o samonagrizajućim adhezivnim sistemima srednje i blage kiselosti (50), i ukoliko je gleđ intaktna (26, 51). Aprizmatični sloj gleđi (52, 55) je manje propustljiv i manje osetljiv za adhezivne sisteme (54), pa je preporučeno njegovo uklanjanje pre adhezivne procedure (53).

### 1.2.3. Univerzalni adhezivni sistemi

Obzirom da samonagrizajući adhezivni sistemi ne ostvaruju pozdanu i dovoljno jaku snagu veze sa intaktnom gleđi i sklerotičnim dentinom, proizvođači su uveli određene inovacije proizvevši potpuno novu grupu adhezivnih sistema – univerzalne adhezivne sisteme (43).

Univerzalni adhezivni sistemi predstavljaju novinu jer se mogu koristiti sa potpunim nagrizzanjem gleđi i dentina ili kao samonagrizajući bez kompromitovanja dobrih osobina i jačine veze na dentinu (61-64). Pomenuti adhezivi su u stvari samonagrizajući sa mogućnošću prilagođavanja različitim kliničkim situacijama. Odluka o načinu primene ovih adhezivnih sistema se zasniva na proceni samog operatera u odgovarajućoj kliničkoj situaciji (61).

Iako su univerzalni adhezivni sistemi stvoreni kako bi unapredili jačinu veze na gleđi i dentinu, u literaturi postignuti rezultati nisu u potpunoj saglasnosti. Naime, pomenuti adhezivni sistemi na dentinu nisu postigli značajno unapređenje jačine veze dodatnim nagrizzanjem ortofosfornom kiselinom te se preporučuje samonagrizajući pristup kako bi se umanjila mogućnost postoperativne preosetljivosti (65-69). Ipak, na gleđi rezultati istraživanja pokazuju poboljšanje jačine veze nakon nagrizzanja ortofosfornom kiselinom te se pomenuti dodatni korak svakako preporučuje (69-71).

### 1.2.4. Primena savremenih adhezivnih sistema

Inovacije na polju adhezivnih sistema su dovele i do izmena ili dopuna načina primene odgovarajućih stomatoloških materijala. Tehnika potpunog nagrizzanja gleđi i dentina podrazumeva primenu ortofosforne kiseline na površini celog kaviteta gde naravno treba voditi računa o dužini nagrizzanja dentina. Sa druge strane, primena samonagrizajućih adhezivnih sistema podrazumeva upotrebu adheziva bez nagrizzanja kiselinom. Kao što je već pomenuto, univerzalni adhezivni sistemi podrazumevaju bilo koji od pomenutih načina primene u zavisnosti od odluke stomatologa tj. kliničke procene i situacije.

Selektivno nagrizanje predstavlja relativno novi pristup primene adhezivnih sistema pri čemu se nagriza samo obrađena gleđ a adhezivni sistem koji se koristi je samonagrizajući ili univerzalni. Tehnika podrazumeva primenu ortofosforne kiseline na gleđi u trajanju od petnaest sekundi, ispiranje, sušenje i postavljanje samonagrizajućeg ili univerzalnog adhezivnog sistema na dentin i nagriženu gleđ. Ovakav način primene adhezivnih sistema preporučuje više autora kako bi se postiglo uklanjanje razmaznog sloja stvorenog na gleđi

tokom preparacije, demineralizovala gleđ, postigla jača veza stomatoloških materijala sa zubnom supstancom i osigurala dugotrajnost veze materijala i zuba (72-76). Istraživanja više autora su pokazala da se uvođenjem ove tehnike postavljanja adhezivnih sistema postiže poboljšanje jačine veze samonagrizajućih adheziva sa gleđi bez ugrožavanja povoljnih rezultata i pogodnosti istih adheziva na dentinu (68, 71, 77-81). Problem tehnike selektivnog nagrizzanja predstavlja konzistencija ortofosforne kiseline u smislu njene primene isključivo na gleđi. Ukoliko se koristi samonagrizajući adhezivni sistem, neophodno je zadržati kiselinsku isključivo na gleđi kako bi se ostvarila odgovarajuća veza materijala sa dentinom. Ipak, ovaj nedostatak se može rešiti upotreboru univerzalnih adhezivnih sistema.

### **1.3. Razlika između mlečne i stalne denticije**

U svakodnevnoj stomatološkoj praksi, dečji stomatolozi imaju priliku da restauriraju mlečne i stalne zube. Vrsta nadoknade koja će se uraditi u ustima deteta zavisi od mnogo faktora kao što su npr. uzrast, grupa zuba za sanaciju (inciziv, molar) ili nivo saradnje pacijenta. Stomatolog na osnovu individualnog plana terapije i nivoa oralne higijene pacijenta mora doneti odluku kojim stomatološkim materijalom je najbolje restaurirati karijesnu leziju. Glas jonomer cementi predstavljaju zlatni standard u dečjoj stomatologiji za ispunе na mlečnim zubima zahvaljujući svojim osobinama od kojih se posebno izdvaja otpuštanje fluorida. Ipak, savremeni kompozitni materijali takođe mogu biti materijal izbora u nekim situacijama. Zbog razlike u sastavu mlečnih i stalnih zuba postavlja se pitanje da li adhezivna procedura treba da bude ista na mlečnim i stalnim zubima (5, 82, 83). Rezultati dosadašnjih istraživanja razlike u jačini veze između stalnih i mlečnih zuba su kontraverzni bez obzira da li se radi o istraživanjima na gleđi ili dentinu (84-88).

Zubi mlečne denticije su morfološki slični zubima stalne denticije ali se razlikuju po broju, obliku, veličini, boji i histološkim karakteristikama. Gleđ predstavlja najtvrdje biološko tkivo u ljudskom organizmu. Neorganske materije čine 92-96%, 1-2% organske materije a 3-4% zauzima voda. Gleđ obe denticije je izgrađena od kristala hidroksiapatita raspoređenih u gleđne prizme. Svaka gleđna prizma je sastavljena iz gusto raspoređenih kristala hidroksiapatita između kojih se nalaze interkristalni prostori popunjeni organskom materijom i vodom. Na gleđi mlečnih zuba se uočava razlika u mineralizaciji. Naime, svetlijia boja gleđi govori o boljoj mineralizaciji i predstavlja deo gleđi izgrađen intrauterino dok tamnija nijansa predstavlja slabije mineralizovani deo stvoren postnatalno koji je bogat inkrementnim

linijama. Za razliku od zuba stalne denticije, gleđne prizme mlečnih zuba u cervicalnom delu su uvek usmerene ka okluzalno.

Dentin obe denticije se sastoji od 70% neorganske materije, 20% organske materije i 10% vode. Neorganski deo čine kristali hidroksiapatita dok organski deo čini kolagen. Dentin predstavlja deo zubnog tkiva koji se stvara konstantno a osnovnu strukturu mu čine dentinski tubuli i dentinska masa. Dentinski tubuli pružaju se od pulpe ka gleđno dentinskoj granici i više ih je u kruničnom nego u korenskom delu. Na dentinu mlečnih zuba se takođe uočava razlika između dobro mineralizovanog – prenatalnog i slabije mineralizovanog – postnatalnog dentina. Dentinski kanalići mlečnih zuba su širi, nepravilniji i ima ih manje u odnosu na zube stalne denticije. Cement mlečnih zuba je slabije mineralizovan i tanak dok je pulpa zuba mlečne denticije voluminoznija i izraženih rogova na bočnim zubima. Kao i kod stalnih zuba, pulpa mlečnih zuba stvara sekundarni dentin ali je on nepravilnije građe (89).

#### **1.4. Ispitivanja stomatoloških materijala**

Razlika u građi tvrdih zubnih tkiva mlečne i stalne denticije ukazuje da možda postoji razlika ne samo u primeni restaurativnih stomatoloških materijala već i u njihovom načinu postavljanja. Kako bi se utvrdile značajne razlike u samim materijalima za ispunе i njihovim osobinama vezanim za različite vrste denticije neophodna su klinička i laboratorijska istraživanja.

Klinička istraživanja pružaju najrelevantnije dokaze o stomatološkim materijalima ali zahtevaju dugačak period praćenja rezultata. Periodični kontrolni pregledi su neophodni a rezultati istraživanja su validni tek nakon perioda od nekoliko godina. Nedostatak kliničkih istraživanja predstavlja upravo vreme trajanja istraživanja jer se tehnologija stomatoloških materijala razvija brzo, što može dovesti do problema zastarevanja materijala u trenutku završetka istraživanja. Sa druge strane, laboratorijska istraživanja imaju mogućnost da daju korisne rezultate o efikasnosti savremenih materijala u relativno kratkom vremenskom roku. Laboratorijska istraživanja stomatoloških materijala su proceduralno manje zahtevna a dobijeni rezultati pružaju uvid u očekivano ponašanje ispitivanih materijala u ustima pacijenta. Važno je naglasiti da je neophodno da svi stomatološki materijali moraju proći kroz fazu laboratorijskih istraživanja pre kliničkih istraživanja tj. primene materijala u ustima pacijenta.

Jedan od načina ispitivanja stomatoloških materijala je utvrđivanje jačine veze između materijala i zubnog tkiva. Za razumevanje i unapređivanje stomatoloških materijala

neophodno je obaviti više testova, ali za sve laboratorijske testove je podjednako važno da se mogu lako izvesti, da se mogu ponoviti i da dobijeni rezultati imaju klinički značaj (90). U svetu adhezivne stomatologije, najčešće korišćeni laboratorijski testovi su otpornost na istezanje i smicanje (91). U oba pomenuta testa je neophodno napraviti kompozitne nadogradnje na ravnim površinama gleđi i dentina a nakon toga primeniti silu. Prilikom ispitivanja otpornosti na istezanje sila deluje normalno na površinu spoja dok kod otpornosti na smicanje sila koja dovodi do loma deluje paralelno sa površinom spoja materijala i zubne supstance (6). Ipak, konvencionalni testovi na istezanje i smicanje su često kritikovani zbog velike površine na koju se materijal vezuje, gde može doći do nejednakе raspodele stresa tokom testiranja, a čak i povećanja stresa na materijal pa se rezultati mogu dovesti u pitanje (52). Na neujednačenost raspodele stresa tokom testiranja najvećim delom utiču geometrija uzorka, modul elastičnosti materijala i način opterećenja (92, 93). Jedan od najvećih problema navedenih testova predstavlja nemogućnost standardizacije (94).

Sano i saradnici su 1994. godine (95) uveli test otpornosti na mikroistezanje (microtensile bond strength test,  $\mu$ TBS) u svakodnevnu laboratorijsku praksu. Test na mikroistezanje uzorka se smatra pouzdanijim u odnosu na konvencionalne testove zahvaljujući svojoj mogućnosti da preciznije prikaže jačinu veze između materijala i zuba zbog toga što je tokom testiranja raspodela stresa uniformnija (96). Tokom poslednjih dvadeset godina, od kako je uveden, test na mikroistezanje je pretrpeo određene izmene i unapređenja (96) i potvrdio svoju vrednost u laboratorijskim istraživanjima stomatoloških materijala (97). Dok se test na mikroistezanje uzorka pokazao kao najpouzdaniji za ispitivanje jačine veze između dentina i adhezivnih sistema (97), na gleđi a naročito neobrađenoj test mikrosmicanja može biti pouzdaniji (98). Zahvaljujući strukturi gleđi, njenoj krtosti i orijentaciji prizmi kao i mogućnosti stvaranja pukotina tokom pripreme uzorka usled brzine diska tokom sečenja ili manipulisanja uzorcima tokom njihove pripreme, test mikroistezanja uzorka može biti manje pouzdan u poređenju sa testom mikrosmicanja (98-103). Uzevši u obzir njegove nedostatke, test mikroistezanja uzorka predstavlja validan način za ispitivanje jačine veze kako na dentinu tako i na gleđi ispitivanih uzoraka (98).

Uzorci za testiranje mikroistezanjem se sastoje iz dva dela: sa jedne strane nalazi se gleđ ili dentin a sa druge strane kompozitni materijal. Do uzorka se dolazi izradom kompozitnih nadogradnji na odgovarajućim površinama ispitivanih zuba. Zubi se nakon toga seku dijamantskom testerom pod vodenim hlađenjem i dobijaju se pločice debljine oko  $1\text{mm}^2$ . Daljom obradom dobijenih pločica se dobijaju uzorci spremni za testiranje.

Postoje tri osnovna oblika uzoraka za testiranje: štapić (stick), teg (dumbbell) i peščani sat (hourglass) (97, 104). Štapić predstavlja uzorak do koga se dolazi dodatnim uzdužnim sečenjem dobijene pločice dijamantskim diskom sa vodenim hlađenjem. Ovu modifikaciju testu mikroistezanja uzoraka su predložili Shono i saradnici kako bi se dobili uzorci pravougaonog oblika i poprečnog preseka oko  $1\text{mm}^2$  (21, 105). Uzorci oblika štapića predstavljaju neobradene uzorke za razliku od druge dve vrste. Uzorci oblika tega su suženi ka adhezivnom spoju i imaju definisane vrednosti prečnika zavoja što uključuje i deo uzorka sa adhezivnim spojem. Ovi uzorci se dobijaju dodatnom obradom koja se može izvršiti slobodnom rukom mada se preporučuje mehanički ili kompjuterski kontrolisana obrada radi ujednačenosti uzoraka. Uzorci oblika peščanog sata se takođe dobijaju dodatnom obradom i imaju definisane vrednosti cilindričnog dela koji obuhvata adhezivni spoj. Oblik uzorka može umnogome uticati na rezultate istraživanja. Postoje dokazi da dodatna obrada uzoraka kod oblika tega i peščanog sata, naročito slobodnom rukom može uticati na stvaranje većeg broja defekata u blizini adhezivnog spoja u poređenju sa uzorcima oblika štapića (102, 106).

## **2. CILJ ISTRAŽIVANJA**

Uzveši u obzir prethodno navedeno, cilj istraživanja ove Doktorske disertacije je bio:

1. Ispitivanje jačine veze različitih adhezivnih sistema sa dentinom i gleđi mlečnih i stalnih zuba metodom mikroistezanja uzoraka ( $\mu$ TBS) i
2. Ispitivanje odnosa Zub/adhezivni sistem/kompozitni materijal metodom skening elektron mikroskopije

### **Nulta hipoteza**

Ispitivanje je vršeno pod hipotezom da vrsta adhezivnog sistema i razlika u sastavu mlečnih i stalnih zuba neće uticati na jačinu veze i odnos Zub/adhezivni sistem/kompozitni materijal tokom testiranja.

### **3. MATERIJAL I METOD**

Istraživanje je obavljeno na Stomatološkom fakultetu Univerziteta u Beogradu, na aparaturi u vlasništvu Klinike za dečju i preventivnu stomatologiju, Stomatološkog fakulteta, Univerziteta u Beogradu.

Za zube koji su korišćeni u istraživanju, shodno pravilima Stomatološkog fakulteta, Univerziteta u Beogradu, tražena je pisana saglasnost od pacijenta, roditelja ili staratelja, za upotrebu zuba bez mogućnosti genetičke analize. Zubi koji su korišćeni u istraživanju su dobijeni iz biobanke Stomatološkog fakulteta u Beogradu i ekstrakcijama usled fiziološke smene (mlečni molari) ili neophodnosti ekstrakcije zbog planiranog ortodontskog tretmana u ustima pacijenata.

Ukupan broj ekstrahovanih humanih zuba upotrebljenih za istraživanje bio je 203: 98 mlečnih molara i 105 stalnih molara. Raspodela upotrebljenih zuba u okviru istraživanja je prikazana u tabeli (Tabela broj 1).

Tabela broj 1. Raspodela upotrebljenih mlečnih i stalnih zuba u istraživanju.

	Test mikroistezanja uzoraka ( $\mu$ TBS)		Skening elektron mikroskopija (SEM)	
	Mlečni zubi	Stalni zubi	Mlečni zubi	Stalni zubi
<b>Gled</b>	47	52	13	13
<b>Dentin</b>	30	32	8	8
<b>Ukupno po grupama</b>	77	84	21	21
<b>Ukupno</b>	<b>203</b>			

#### **3.1. Ispitivanje jačine veze adhezivnih sistema mikroistezanjem ( $\mu$ TBS)**

Priprema uzorka i sam test mikroistezanja uzorka je urađen prema predloženom protokolu Akademije za Stomatološke Materijale (Academy of Dental Materials) (97). U ovom delu istraživanja je upotrebljen 161 zub: 77 mlečnih drugih molara i 84 stalna humana treća molara. Intaktni stalni treći molari i mlečni drugi molari su nasumično odabrani za

istraživanje. Zubi su čuvani u 0.5% rastvoru hloramina na 4°C kako bi se sprečio razvoj bakterija pre korišćenja u istraživanju.

### 3.1.1. Podela zuba po grupama/podgrupama

Zubi su podeljeni u dve grupe:

- I. Mlečni
- II. Stalni zubi

Dodatno su zubi raspoređeni u tri podgrupe prema primenjenoj adhezivnoj tehnici:

- 1. Tehnika potpunog nagrizzanja gleđi i dentina
- 2. Tehnika samonagrizanja
- 3. Tehnika selektivnog nagrizzanja

Materijali koji su korišćeni za istraživanje su svrstani u podgrupe na sledeći način:

- 1. Tehnika potpunog nagrizzanja gleđi i dentina
  - a. Opti Bond FL (KERR)
  - b. Opti Bond Solo Plus (KERR)
  - c. Adhese Universal (Ivoclar Vivadent)
  - d. Single Bond Universal (3M ESPE)
  - e. Single Bonding (DMP)
- 2. Tehnika samonagrizanja
  - a. Opti Bond XTR (KERR)
  - b. Opti Bond All-in-one (KERR)
  - c. Adhese Universal (Ivoclar Vivadent)
  - d. Evetric Bond (Ivoclar Vivadent)
  - e. Single Bond Universal (3M ESPE)
- 3. Tehnika selektivnog nagrizzanja
  - a. Opti Bond All-in-one (KERR)
  - b. Opti Bond XTR (KERR)
  - c. Adhese Universal (Ivoclar Vivadent)
  - d. Evetric Bond (Ivoclar Vivadent)
  - e. Single Bond Universal (3M ESPE)

Za podgrupe sa potpunim nagrizzanjem gleđi i dentina i selektivno nagrizzanje korišćena je 37.5% ortofosforna kiselina "Gel etchant" kompanije KERR. Za kompozitne nadogradnje je korišćen SonicFill Bulk kompozit kompanije KERR.

Radi lakšeg sagledavanja ispitivanih adhezivnih sistema, nazivi ispitivanih materijala i proizvođača, broj koraka tokom primene i vrsta adhezivnog sistema su prikazani u tabeli broj 2.

Tabela broj 2. Nazivi ispitivanih materijala i proizvođača, broj koraka tokom primene, vrsta adhezivnog sistema

Adhezivni sistem	Proizvođač	Broj koraka	Vrsta adhezivnog sistema
<b>OptiBond FL</b>	Kerr	3	Potpuno nagrizzanje ortofosfornom kiselinom
<b>OptiBond Solo Plus</b>	Kerr	2	
<b>Single Bonding</b>	DMP	2	
<b>OptiBond XTR</b>	Kerr	2	
<b>OptiBond All-In-One</b>	Kerr	1	
<b>Evetric Bond</b>	Ivoclar Vivadent	1	
<b>AdhesSE Universal</b>	Ivoclar Vivadent	1	
<b>Single Bond Universal</b>	3M ESPE	1	Univerzalni

### 3.1.2. Priprema uzorka za ispitivanje jačine veze adhezivnih sistema mikroistezanjem ( $\mu$ TBS)

Zubima koji su korišćeni u istraživanju su uklonjeni korenovi sečenjem pomoću dijamantskog diska male brzine (Isomet, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA), približno 2mm apikalno od gledano cementne granice pod vodenim hlađenjem kako bi se otvorila komora pulpe. Sadržaj komore pulpe je odstranjen ekskavatorom.

#### 3.1.2.1. Priprema uzorka za $\mu$ TBS na gleđi

U ovom delu istraživanja upotrebljeno je 99 zuba: 47 drugih mlečnih molara i 52 treća stalna humana molara. Nakon provere gleđi zuba pod optičkim mikroskopom zbog mogućih

defekata, bukalne površine zuba su očišćene guminom i četkicom u zelenom kolenjaku uz pastu bez fluorida i vodeno hlađenje.

### 3.1.2.2. Priprema uzoraka za $\mu$ TBS na dentinu

U ovom delu istraživanja upotrebljeno je 62 zuba: 30 drugih mlečnih molara i 32 treća stalna humana molara. Gleđ ispitivanih zuba je uklonjena sa okluzalnih površina sečenjem pomoću dijamantskog diska male brzine pod vodenim hlađenjem u aparatu Isomet. Tako dobijena površina dentina je proveravana pod optičkim mikroskopom kako bi se sa sigurnošću utvrdilo da je gleđ u potpunosti uklonjena. Površina dentina je zatim obrađena silikon karbidnim papirom finoće zrna 320 pod vodenim hlađenjem kako bi se postigao razmazni sloj koji je po svojim karakteristikama sličan onom koji stvara karbidni borer tokom preparacije (107).

### 3.1.2.3. Adhezivna procedura

Svi ispitivani adhezivni sistemi su upotrebljeni prema uputstvu proizvođača (Tabela broj 3). Nakon nanošenja odgovarajućeg adhezivnog sistema, na pripremljenim površinama zuba su formirane nadogradnje veličine 5mm u jednom sloju (SonicFill Bulk KERR). Nadogradnje su formirane slobodnom rukom operatera. Prosvetljavanje je vršeno VALO Cordless Curing Light lampom za polimerizaciju (ULTRADENT Products, INC, USA), standardnim modom ( $1000\text{mW/cm}^2$ ).

Svi pripremljeni uzorci su nakon adhezivne procedure skladišteni 24 časa u odgovarajućim uslovima ( $37^\circ\text{C}$ , 100% vlažnost) pre testiranja. Testiranje uzorka je izvršeno na Klinici za dečju i preventivnu stomatologiju, Stomatološkog fakulteta u Beogradu na mašini za testiranje mikroistezanja stomatoloških materijala kompanije BISCO.

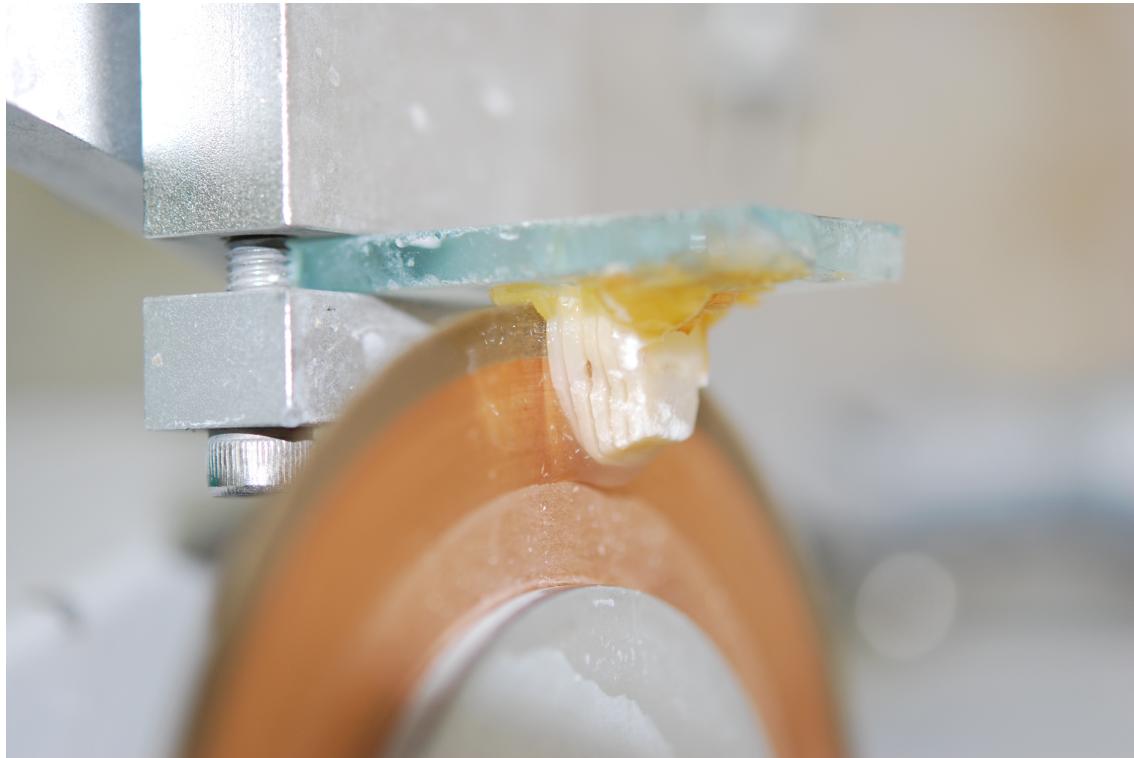
Tabela broj 3. Primena ispitivanih adhezivnih sistema

Adhezivni sistem	Proizvođač	Uputstvo za upotrebu
<b>OptiBond FL</b>	Kerr	Nagrizati gled i dentin 37,5% ortofosfornom kiselinom. Ispirati vodom dok se kiselina ne ukloni - otprilike 15 sekundi. Posušiti pusterom, voditi računa da se ne presuši dentin. Postaviti prajmer na gled i dentin nežno trljajući u trajanju od 15 sekundi. Posušiti prajmer 5 sekundi. Primeniti adheziv na gled i dentin u tankom sloju nežno trljajući. Rasporediti adheziv po kavitetu pusterom. Prosvetliti.
<b>OptiBond Solo Plus</b>	Kerr	Nagrizati gled i dentin 37,5% ortofosfornom kiselinom. Ispirati vodom dok se kiselina ne ukloni. Posušiti pusterom, voditi računa da se ne presuši dentin. Primeniti materijal nežnim pokretima trljanja u trajanju od 15 sekundi. Raspršiti pusterom 3 sekunde. Prosvetliti.
<b>Single Bonding</b>	DMP	Nagrizati gled i dentin ortofosfornom kiselinom. Ispirati dok se kiselina ne ukloni. Posušiti. Primeniti materijal nežnim pokretima trljanja u trangu od 15 sekundi. Prosvetliti.
<b>OptiBond XTR</b>	Kerr	Očisiti površine zuba pastom bez fluorida, isprati vodenim mlazom i posušiti. Utrlavati prajmer 20 sekundi. Istanjiti sloj srednjom jačinom vazduha 5 sekundi. Promučkati bočicu adheziva pre upotrebe. Utrlavati adheziv 15 sekundi. Raspršiti 5 sekundi. Polimerizovati.
<b>OptiBond All-In-One</b>	Kerr	Isprati površine kavite vodom i osušiti vazduhom. Ne presušiti. Primeniti veću količinu adheziva i utrljavati 20 sekundi. Primeniti drugi sloj adheziva i utrljavati 20 sekundi. Raspršiti slabo a zatim vazduhom srednje jačine u trajanju od 5 sekundi. Prosvetliti.
<b>AdheSE Universal</b>	Ivoclar Vivadent	Nagrizanje ortofosfornom kiselinom je opcionalno. Preporučuje se na gleđi radi poboljšanja jačine veze. Aplikovati adheziv na gled i dentin minimum 20 sekundi. Neophodno je utrljavati adheziv. Raspršiti. Prosvetliti.
<b>Evetric Bond</b>	Ivoclar Vivadent	Jačina veze sa gleđi može biti poboljšana primenom ortofosforne kiseline. Rasporediti po zidovima kavite. Utrlavati minimum 20 sekundi. Raspršiti. Prosvetliti.
<b>Single Bond Universal</b>	3M ESPE	Nagrizanje ortofosfornom kiselinom je opcionalno. Preporučuje se na gleđi radi poboljšanja jačine veze. Intaktnu gleđu očistiti pastom za poliranje zuba. Kavitet isprati vodom i posušiti. Adheziv utrljavati 20 sekundi. Raspršiti 5 sekundi slabim mlazom vazduha. Prosvetliti.

### 3.1.3. $\mu$ TBS test

Zubi su sečeni vertikalno u ploče debljine 0.9 mm pomoću dijamantskog diska male brzine u aparatu Isomet, pod vodenim hlađenjem (Slika 1). Svaka ploča je zatim fiksirana lepljivim voskom (Galeo, Galenika, Srbija) za staklenu pločicu i serijski sečena u štapiće 0.9x0.9 mm (Slika 2). Svaki štapić je meren digitalnim nonijusom nakon čega je lepljen akrilatnim lepkom (Super Bond Power Flex Gel, Loctite, Ireland) za deo mašine za testiranje (Slika 3). Uzorci su zatim podvrgnuti testiranju u mašini za testiranje otpornosti na mikroistezanje stomatoloških materijala (BISCO, Dillon Quantrol, Fairmont, MN, USA) pri ubrzanju od 0.5 mm/min, (Slika 4). Sila koja je dovela do lomljenja uzorka je zabeležena u Njutnima (N) a jačina veze je iskazana u megapaskalima (Mpa) nakon primene odgovarajuće matematičke formule  $N/cm^2=MPa$  (Slika 5).

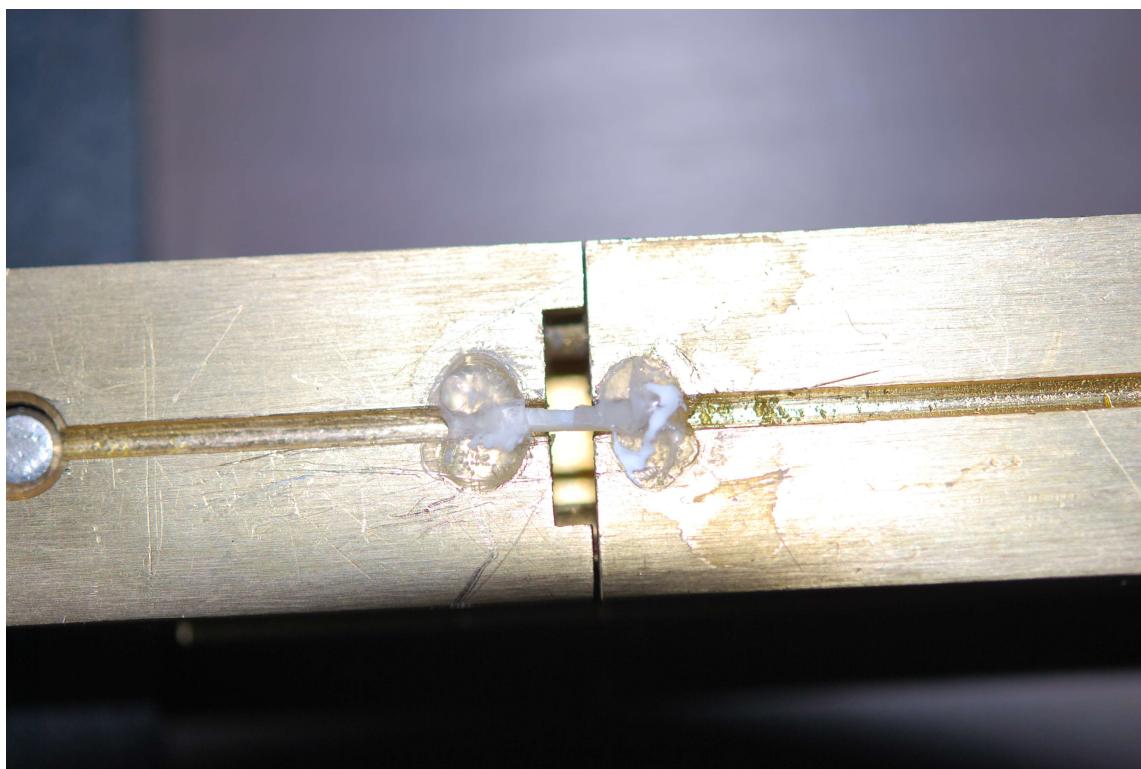
Tipovi preloma su procenjivani od strane istog istraživača pod optičkim mikroskopom i beleženi kao kohezivni (kidanje u okviru kompozitnog materijala ili gleđi/dentina), adhezivni (kidanje na spoju između kompozitnog materijala i gleđi/dentina) ili mešoviti tip (kombinacija adhezivnog i kohezivnog tipa loma).



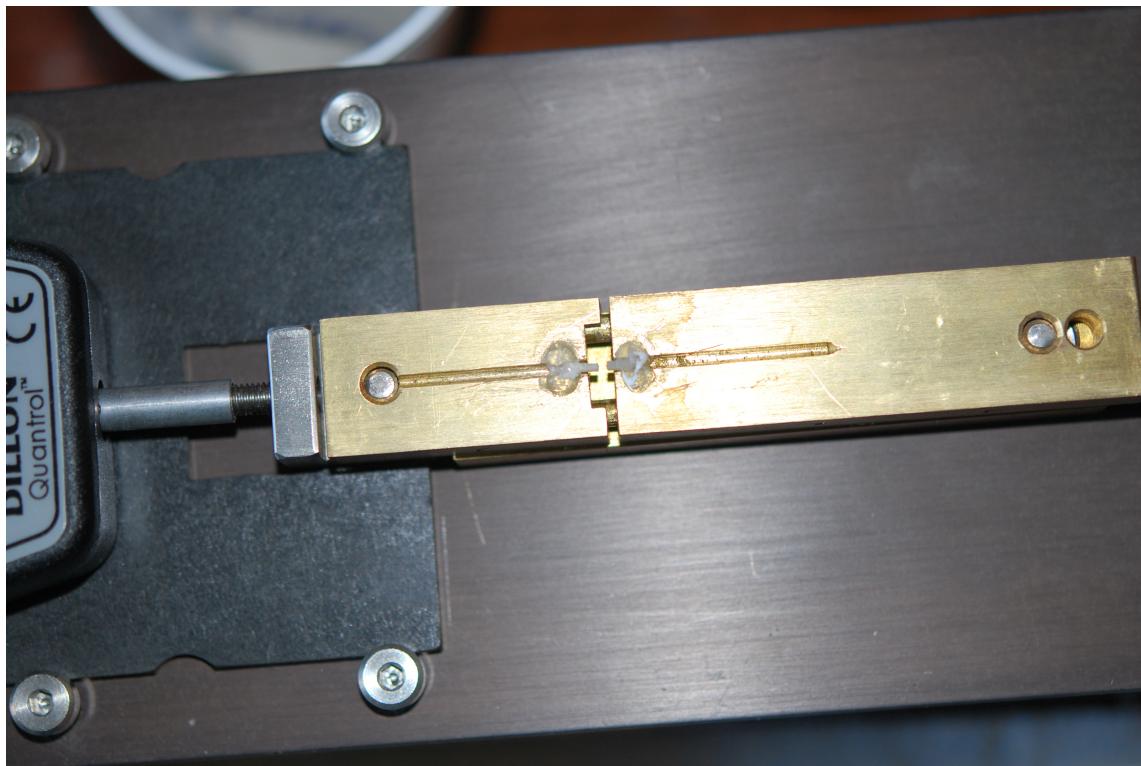
Slika 1. Sečenje zuba sa nadogradnjama u pločice



Slika 2. Štapići za testiranje



Slika 3. Štapić fiksiran u delu univerzalne mašine za testiranje uzorka



Slika 4. Uzorak nakon ispitivanja otpornosti na mikroistezanje



Slika 5. Vrednost otpornosti na mikroistezanje u Njutnima

### 3.1.4. Statistička analiza rezultata

Statistička analiza je izvršena statističkim testovima u okviru programa SPSS (IBM Corp, New York, USA). Prelomi na adhezivnom spoju koji su nastali tokom pripreme uzoraka su uračunati u statističku analizu kao „nulte vrednosti veze” (0Mpa) (108). Regresionom analizom utvrđeno je da zub kao jedinka nije ispoljio značajan uticaj na test istezanja mikrouzoraka. Stoga su štapići tretirani kao individualne statističke jedinice. Kolmogorov-Smirnov test je upotrebljen radi provere vrste raspodele vrednosti ispitivanih uzoraka. Obzirom da raspodela nije bila normalna za svaku grupu (mlečni/stalni zubi) je korišćen Kruskal Wallis ANOVA test i Dunn's za multipla poređenja. Za utvrđivanje razlika između mlečnih i stalnih zuba za svaki adhezivni sistem upotrebljen je Mann Whitney U test. U svim sprovedenim analizama je novi značajnosti postavljen na  $p<0.05$ .

## **3.2. Ispitivanje odnosa adhezivnih sistema sa mlečnom i stalnom denticijom metodom skening elektron mikroskopije (SEM)**

U ovom delu istraživanja je upotrebljeno 42 zuba: 21 mlečni drugi molar i 21 treći humani molar. Uzorci za mikroskopiju su podvrgavani prethodno navedenoj adhezivnoj proceduri a nakon toga su pripremljeni za mikroskopiju. Zubi su sećeni u pločice debljine 2mm, slično pripremi uzoraka za  $\mu$ TBS. Uzorci (pločice) su zatim polirane silikon karbidnim papirom rastuće finoće zrna (320, 600, 1000, 1200) pod vodenim hlađenjem. Nakon obilnog ispiranja, uzorci su tretirani 37% ortofosfornom kiselinom u trajanju od 30 sekundi nakon čega su ispirani vodom. Nakon ispiranja uzorci su potapani u 2% rastvor natrijum hipohlorita 10 minuta kako bi se uklonio organski sadržaj i omogućilo posmatranje odnosa adhezivnih sistema sa tvrdim zubnim tkivima. Uzorci su zatim sušeni vazdušnim mlazom bez ulja i napareni zlatom (Bal-Tec SCD 005 Sputter Coater, Balzers, Lihtenštajn) (Slika 6) a zatim posmatrani u skening elektron mikroskopu (JEOL-JSM-6460LV, Tokio, Japan) pod uvećanjima 250, 500, 1000, 1500 i 2000 puta.



Slika 6. Uzorci za SEM napareni zlatom

## **4. REZULTATI**

### **4.1. Jačina veze $\mu$ TBS sa zubima mlečne i stalne denticije**

#### **4.1.1. Jačina veze adhezivnih sistema sa gleđi mlečne i stalne denticije**

Vrednosti jačine veze ispitivanih adhezivnih sistema tokom testa mikroistezanja uzoraka sa gleđi mlečne i stalne denticije su prikazane u tabeli broj 4.

Adhezivni sistemi OptiBond FL i OptiBond Solo Plus su pokazali statistički značajno više vrednosti jačine veze na gleđi mlečnih zuba u odnosu na ostale ispitivane adhezivne sisteme.

Samonagrizajući adhezivni sistem OptiBond XTR uz dodatno nagrizanje ortofosfornom kiselinom je pokazao najvišu vrednost jačine veze na gleđi stalnih zuba, koja je bila statistički značajno viša u poređenju sa Evetric Bond bez dodatnog nagrizanja, Optibond All-In-One, Single bond universal bez dodatnog nagrizanja.

Dodatno nagrizanje na mlečnim zubima nije dalo statistički značajno veću jačinu veze ni za jedan ispitivani adhezivniistem, dok su samonagrizajući adhezivni sistemi OptiBond XTR i Evetric Bond kao i univerzalni adhezivni sistem Single Bond Universal pokazali statistički značajno više vrednosti jačine veze uz dodatno nagrizanje kiselinom na gleđi stalne denticije.

Samonagrizajući adhezivni sistem Opti Bond All-In-One bez dodatnog nagrizanja ortofosfornom kiselinom je pokazao najnižu vrednost jačine veze koja je bila statistički značajno niža u poređenju sa većinom ostalih ispitivanih adhezivnih sistema bez obzira na vrstu denticije.

Tabela broj 4. Vrednosti jačine veze ispitivanih adhezivnih sistema sa gleđi mlečne i stalne denticije (srednja vrednost  $\pm$  standardna devijacija). Velika slova označavaju statistički značajne razlike u kolonama, tj u međusobnom poređenju adhezivnih sistema na gleđi mlečnih zuba i u međusobnom poređenju adhezivnih sistema na gleđi stalnih zuba. Mala slova označavaju statistički značajnu razliku u redovima, tj u poređenju jačine veze sa gleđi između mlečne i stalne denticije za svaki adheziv.

	GLEĐ	
	MLEČNI	STALNI
<b>OptiBond FL (Kerr)</b>	25,98 $\pm$ 10,51 A a	20,80 $\pm$ 11,26 AB b
<b>OptiBond Solo Plus (Kerr)</b>	24,77 $\pm$ 11,52 A a	22,46 $\pm$ 10,67AB b
<b>Single Bonding (DMP)</b>	22,62 $\pm$ 12,10 AB a	21,68 $\pm$ 13,40 AB a
<b>OptiBond XTR (Kerr)</b>	21,34 $\pm$ 11,42 AB a	19,06 $\pm$ 11,07 ABC a
<b>OptiBond XTR (Kerr) sa nagrizanjem ortofosfornom kiselinom</b>	21,71 $\pm$ 7,34 AB a	24,14 $\pm$ 7,72 A a
<b>OptiBond All-In-One (Kerr)</b>	9,36 $\pm$ 10,60 D a	7,10 $\pm$ 6,78 E a
<b>OptiBond All-In-One (Kerr) sa nagrizanjem ortofosfornom kiselinom</b>	12,79 $\pm$ 10,70 CD a	10,36 $\pm$ 10,20 DE a
<b>Evetric Bond (Ivoclar Vivadent)</b>	14,61 $\pm$ 11,06 BCD a	12,00 $\pm$ 12,25 CDE a
<b>Evetric Bond (Ivoclar Vivadent) sa nagrizanjem ortofosfornom kiselinom</b>	18,40 $\pm$ 12,66 ABC a	20,88 $\pm$ 8,71 AB a
<b>AdheSE Universal (Ivoclar Vivadent)</b>	17,99 $\pm$ 10,87 ABC a	18,31 $\pm$ 12,09 ABC a
<b>AdheSE Universal (Ivoclar Vivadent) sa nagrizanjem ortofosfornom kiselinom</b>	20,08 $\pm$ 10,17 ABC a	20,24 $\pm$ 9,91 AB a
<b>Single Bond Universal (3M ESPE)</b>	17,76 $\pm$ 10,12 ABC a	16,92 $\pm$ 9,36 CD a
<b>Single Bond Universal (3M ESPE) sa nagrizanjem ortofosfornom kiselinom</b>	19,90 $\pm$ 12,56 ABC a	23,11 $\pm$ 10,47 AB a

#### 4.1.2. Jačina veze adhezivnih sistema sa dentinom mlečne i stalne denticije

Vrednosti jačine veze ispitivanih adhezivnih sistema sa dentinom mlečne i stalne denticije su prikazane u tabeli broj 5.

Samonagrizajući adhezivni sistem OptiBond XTR je pokazao statistički značajno različite vrednosti jačine veze u odnosu na ostale ispitivane adhezivne sisteme na dentinu u obe vrste denticije. Samonagrizajući adhezivni sistem Opti Bond All-In-One je ostvario statistički značajno niže vrednosti jačine veze u poređenju sa ostalim ispitivanim adhezivnim sistemima bez obzira na vrstu denticije.

Razlika u jačini veze sa dentinom između mlečne i stalne denticije nije uočena ni za jedan ispitivani adhezivni sistem.

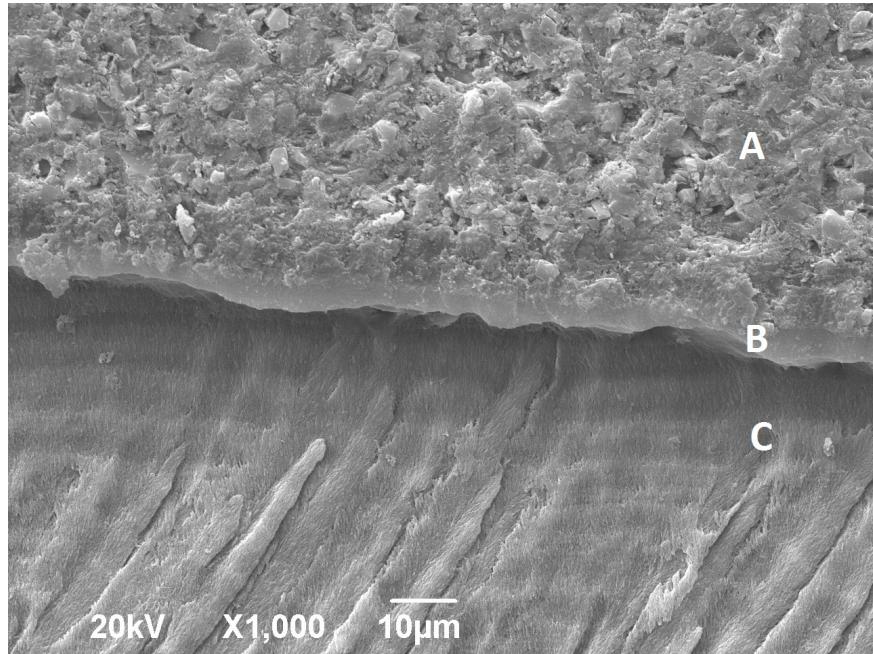
Tabela broj 5. Vrednosti jačine veze ispitivanih adhezivnih sistema sa dentinom mlečne i stalne denticije (srednja vrednost  $\pm$  standardna devijacija). Velika slova označavaju statistički značajne razlike u kolonama, tj u međusobnom poređenju adhezivnih sistema na dentinu mlečnih zuba i u međusobnom poređenju adhezivnih sistema na dentinu stalnih zuba. Mala slova označavaju statistički značajnu razliku u redovima, tj u poređenju jačine veze sa dentinom između mlečne i stalne denticije za svaki adheziv.

	DENTIN	
	MLEČNI	STALNI
<b>OptiBond FL (Kerr)</b>	25,85 $\pm$ 11,27 B a	23,59 $\pm$ 13,75 B a
<b>OptiBond Solo Plus (Kerr)</b>	26,04 $\pm$ 11,80 B a	24,11 $\pm$ 14,60 B a
<b>Single Bonding (DMP)</b>	26,16 $\pm$ 11,10 B a	21,20 $\pm$ 11,49 B a
<b>OptiBond XTR (Kerr)</b>	29,95 $\pm$ 10,82 A a	29,77 $\pm$ 12,99 A a
<b>OptiBond All-In-One (Kerr)</b>	9,90 $\pm$ 10,87 D a	10,53 $\pm$ 11,63 C a
<b>Evetric Bond (Ivoclar Vivadent)</b>	22,23 $\pm$ 10,90 BC a	20,02 $\pm$ 11,78 B a
<b>AdheSE Universal (Ivoclar Vivadent)</b>	21,25 $\pm$ 12,15 C a	20,92 $\pm$ 11,99 B a
<b>Single Bond Universal (3M ESPE)</b>	20,91 $\pm$ 10,70 C a	22,63 $\pm$ 9,69 B a

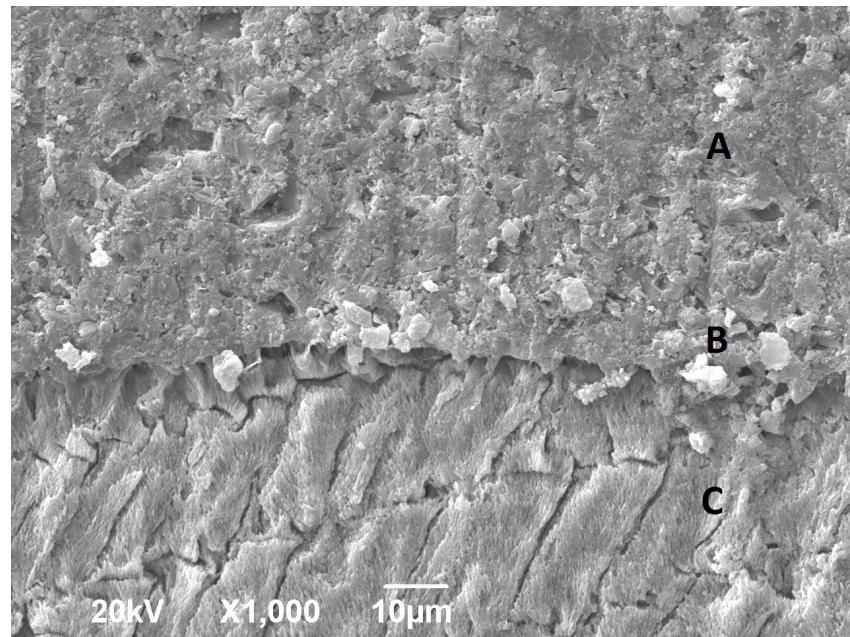
## **4.2. Odnos adhezivnih sistema sa mlečnom i stalnom denticijom**

### **4.2.1. Odnos adhezivnih sistema sa gleđi mlečnih i stalnih zuba**

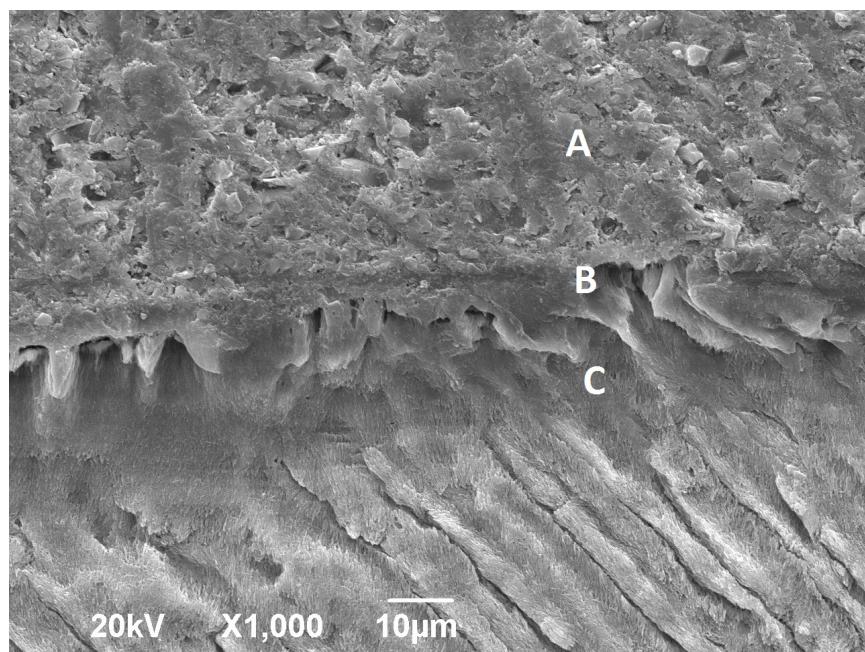
Odnos ispitivanih adhezivnih sistema sa gleđi je prikazan na slikama 7-32. Na snimcima se uočavaju morfološke karakteristike gleđi mlečne i stalne denticije, adhezivni sloj i kompozit. Na zabeleženim snimcima ne postoje značajne morfološke razlike spoja kompozit/adhezivni sistem/gleđ između ispitivanih adhezivnih sistema. Na SEM fotografijama gleđi mlečnih i stalnih zuba prisutan je intiman kontakt između kompozita, adhezivnog sistema i gleđi. Razlike koje se mogu uočiti mogu se objasniti morfološkim karakteristikama gleđi različitih zuba, nedostacima u okviru kompozitnog materijala i trgovima obrade tokom pripreme uzorka za mikroskopiju. Bez obzira na tip denticije, na snimcima se uočavaju karakteristike gleđnih prizmi i njihov pravac pružanja. Na slikama 7, 25, 26 i 31 struktura gleđi je slabije vidljiva ka adhezivnom sloju. Debljina adhezivnog sloja varira od oko 2 do 10 $\mu\text{m}$ . Na kompozitu svih uzoraka je vidljiva zrnasta struktura materijala koja potiče od čestica različite veličine u okviru kompozitnog materijala.



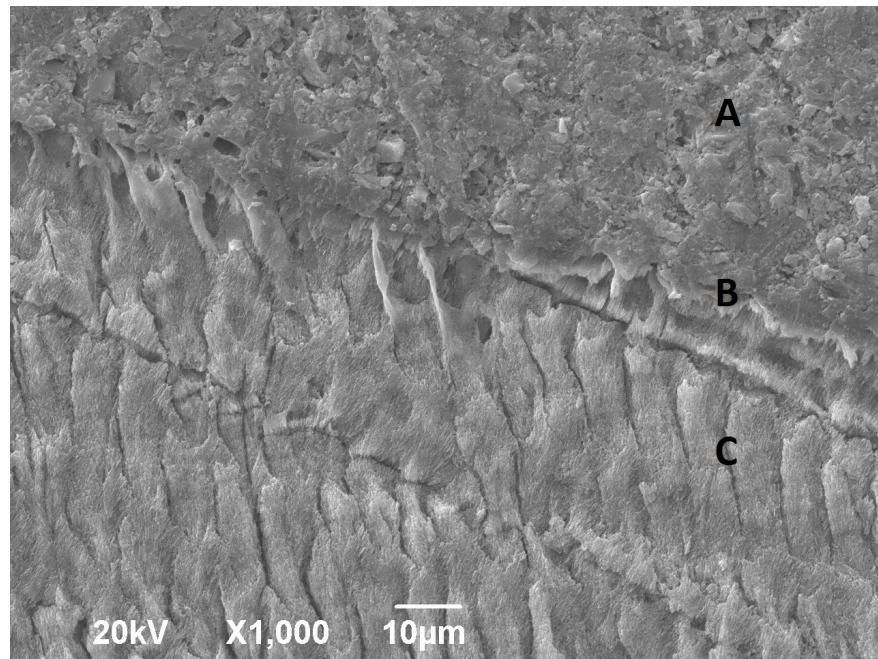
Slika 7. Odnos adhezivnog sistema OptiBond FL sa gleđi mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko 2 $\mu\text{m}$ . Struktura gleđi je slabije vidljiva ka adhezivnom sloju.



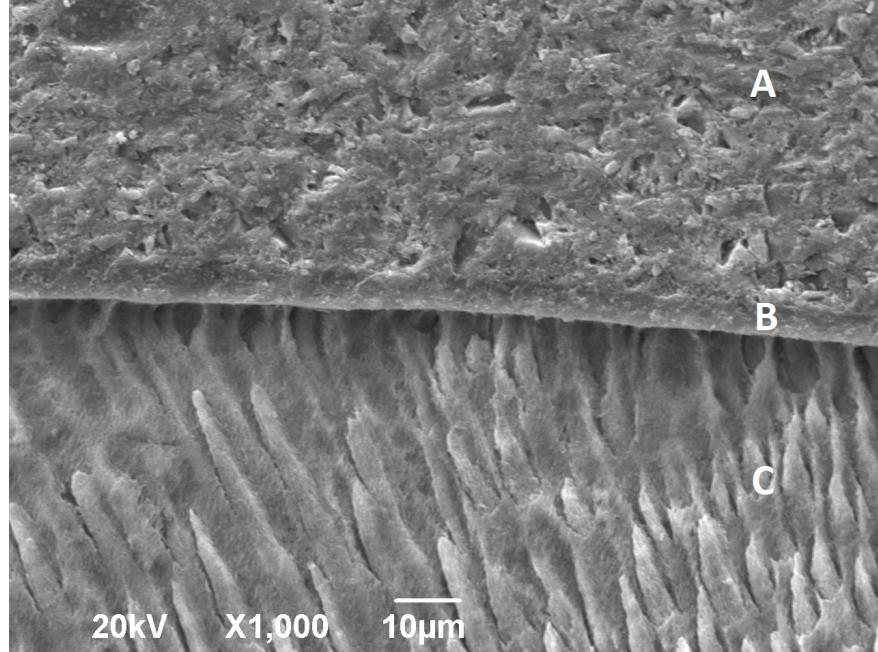
Slika 8. Odnos adhezivnog sistema OptiBond FL sa gleđi stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i manji defekti u kompozitnom materijalu.



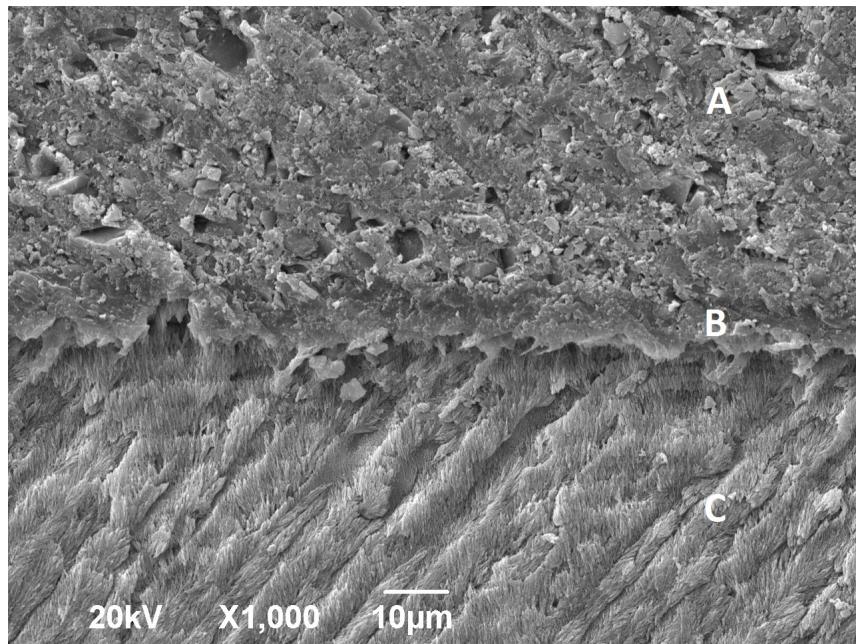
Slika 9. Odnos adhezivnog sistema OptiBond Solo Plus sa gleđi mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko 2µm. Na kompozitu se uočavaju manji defekti i zrnasta struktura materijala.



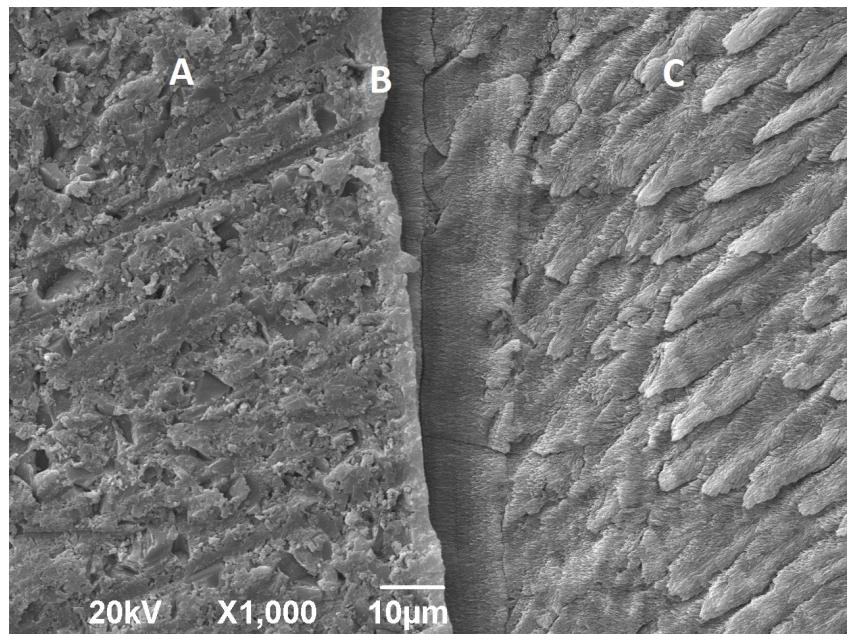
Slika 10. Odnos adhezivnog sistema OptiBond Solo Plus sa gleđi stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $2\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj nije kontinuiran.



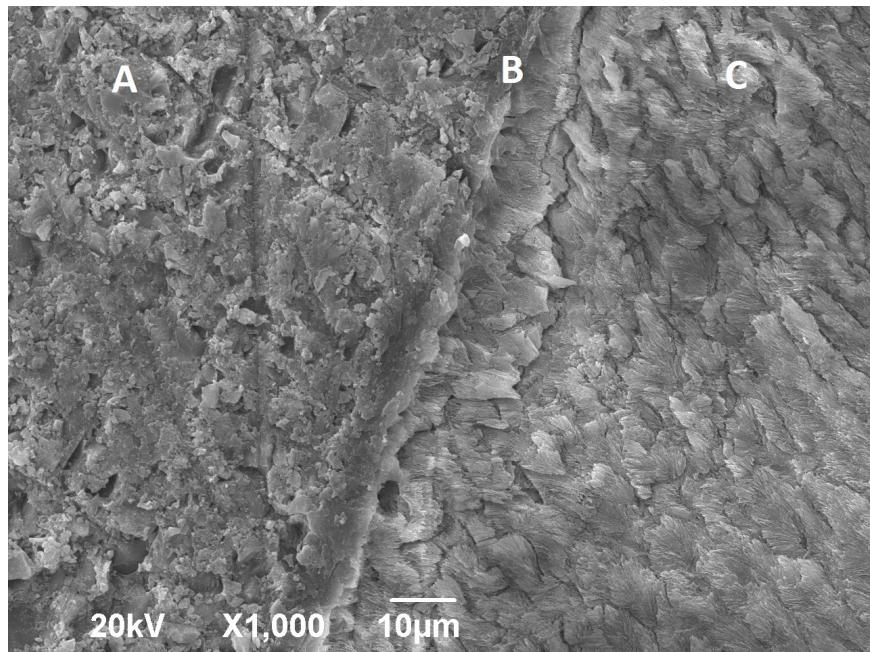
Slika 11. Odnos adhezivnog sistema AdheSE Universal sa gleđi mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i ravnomerno raspoređen adhezivni sloj debljine oko  $2\mu\text{m}$ . Vidljivi su manji defekti u kompozitnom materijalu.



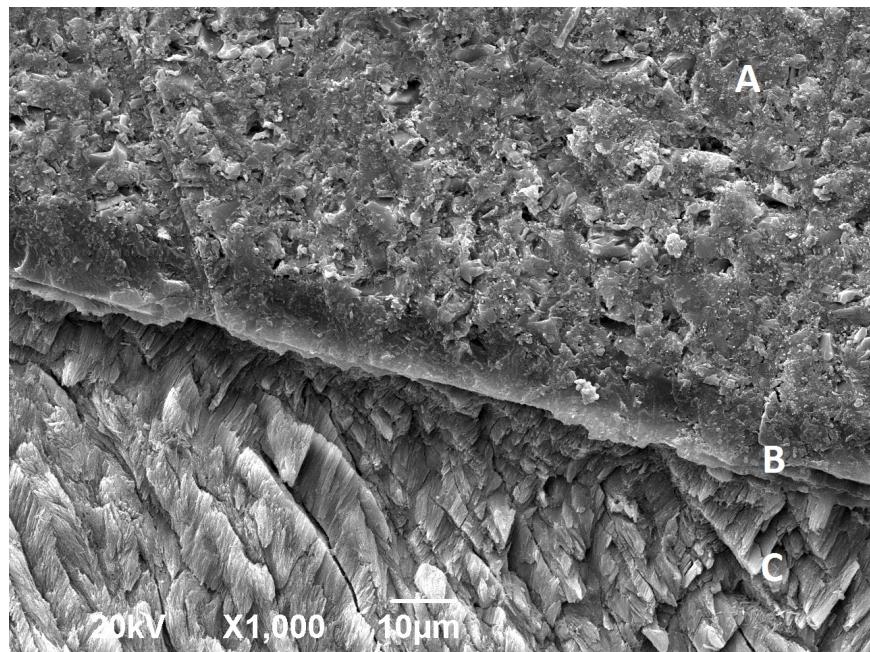
Slika 12. Odnos adhezivnog sistema AdheSE Universal sa gleđi mlečnog zuba uz nagrizanje ortofosfornom kiselinom. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj nepravilnog oblika debljine oko  $2\mu\text{m}$ . U pojedinim delovima adhezivni sloj prelazi u gleđ.



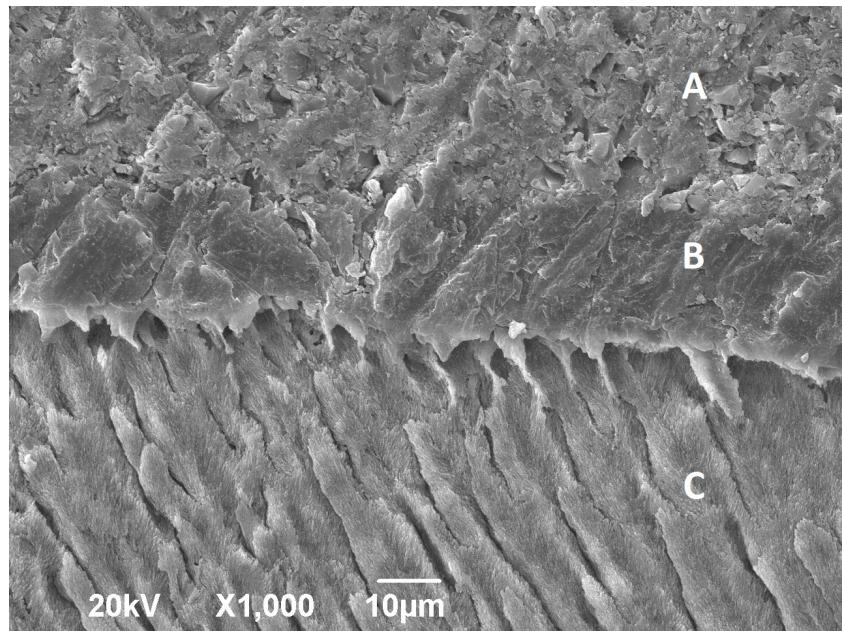
Slika 13. Odnos adhezivnog sistema AdheSE Universal sa gleđi stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Struktura gleđnih prizmi je jasno vidljiva i one su pravilno raspoređene. Adhezivni sloj je debljine oko  $1-2\mu\text{m}$ . Linije na kompozitu su posledica pripreme uzoraka za mikroskopiju.



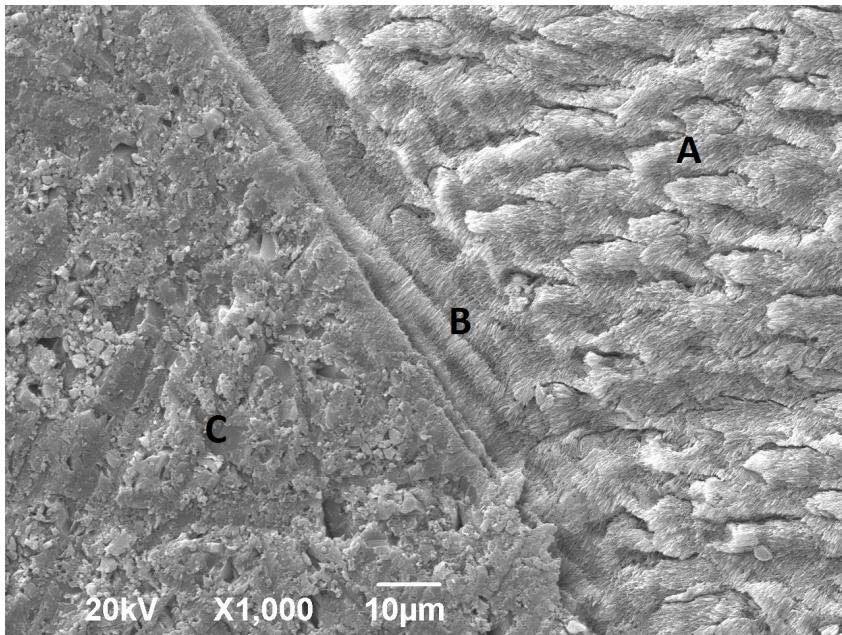
Slika 14. Odnos adhezivnog sistema AdheSE Universal sa gleđi stalnog zuba uz nagrizanje ortofosfornom kiselinom. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme pravilnog rasporeda i adhezivni sloj debljine oko  $5\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj nije ravnomerno raspoređen. Vidljivi su manji defekti u kompozitnom materijalu.



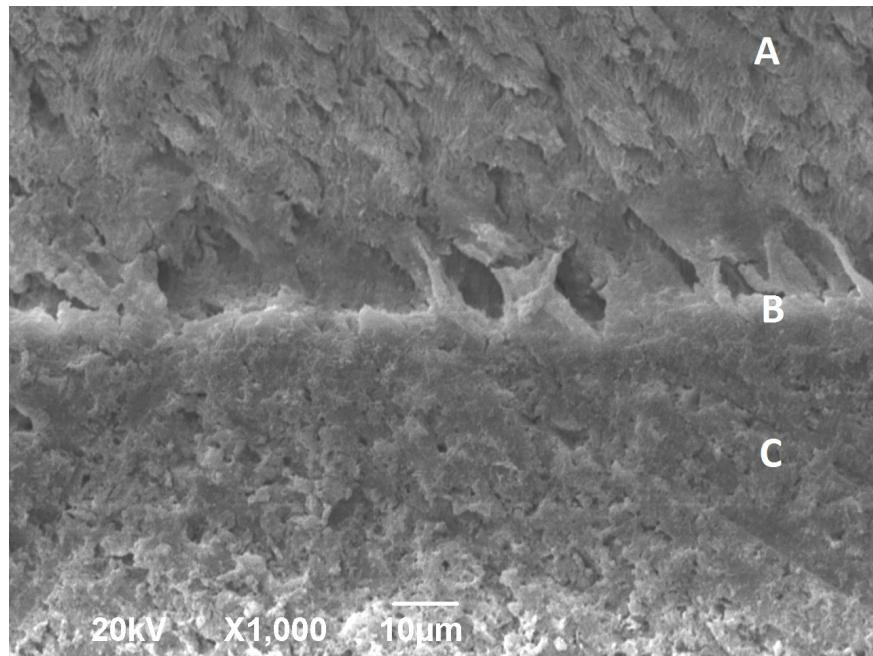
Slika 15. Odnos adhezivnog sistema Single Bond Universal sa gleđi mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i ravnomerno raspoređen adhezivni sloj debljine oko  $5\mu\text{m}$ . U kompozitu se uočavaju manji defekti.



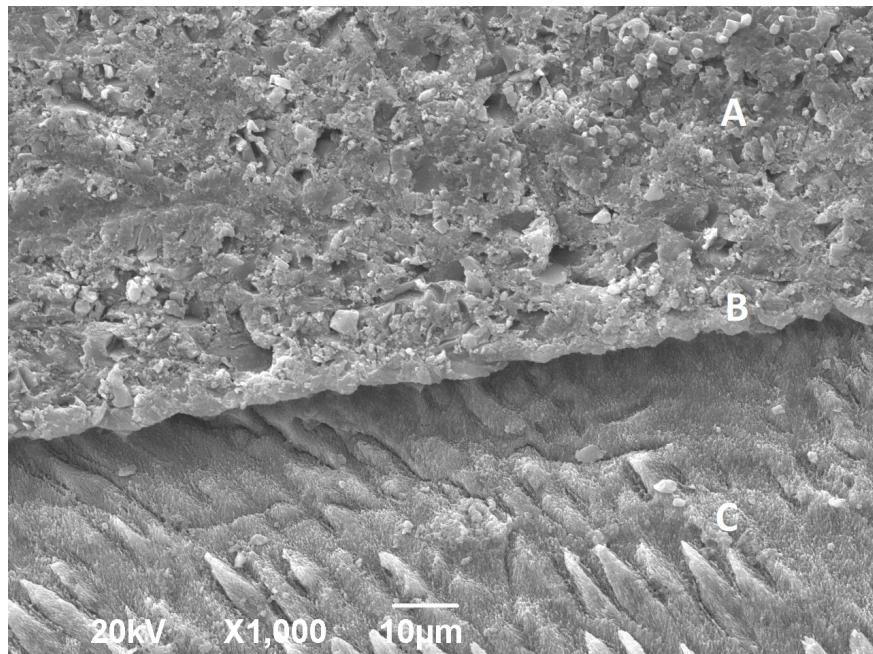
Slika 16. Odnos adhezivnog sistema Single Bond Universal sa gleđi mlečnog zuba uz nagrizanje ortofosfornom kiselinom. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $15\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj ostvaruje intiman kontakt sa gleđi. Struktura adhezivnog sloja pokazuje tvorevine slične produžecima smole.



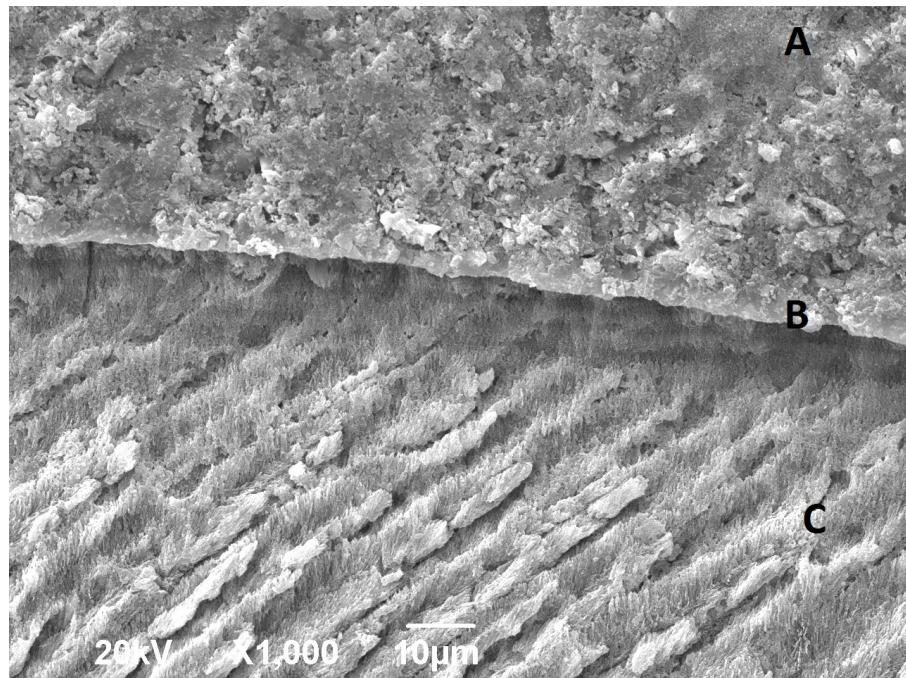
Slika 17. Odnos adhezivnog sistema Single Bond Universal sa gleđi stalnog zuba. A-gleđ; B-adhezivni sloj; C-kompozit. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $2\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj je ravnomerno raspoređen. Defekti na kompozitu u vidu linija su posledica pripreme uzorka za mikroskopiju.



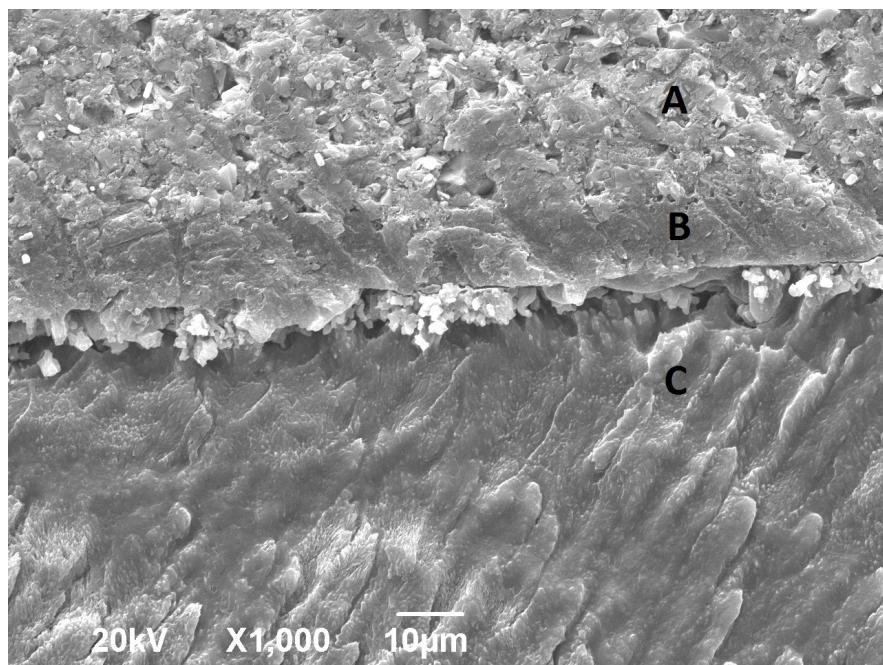
Slika 18. Odnos adhezivnog sistema Single Bond Universal sa gleđi stalnog zuba uz nagrizanje ortofosfornom kiselinom. A-gleđ; B-adhezivni sloj; C-kompozit. Na snimku se uočavaju gledne prizme i adhezivni sloj sa nejasnim granicama. Adhezivni sloj delom ostvaruje intiman kontakt sa gleđi u vidu produžetaka.



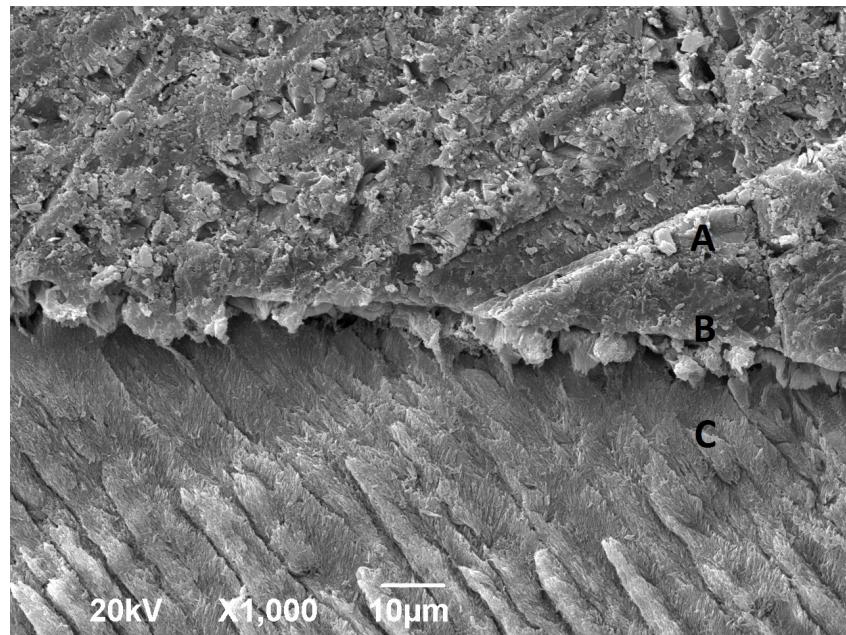
Slika 19. Odnos adhezivnog sistema Single Bonding sa gleđi mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gledne prizme i adhezivni sloj debljine oko 2µm. Adhezivni sloj nije jednake širine. Gleđne prizme su slabije izražene građe.



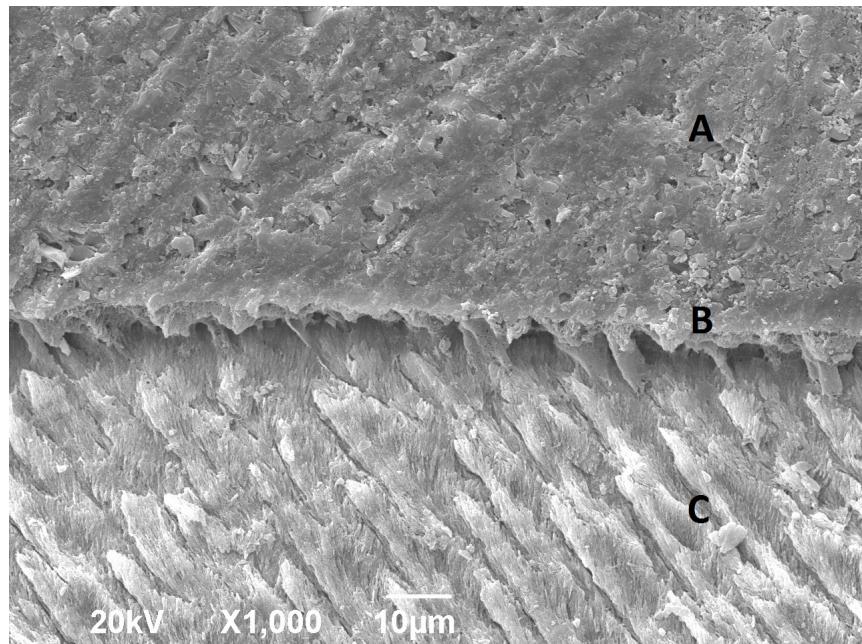
Slika 20. Odnos adhezivnog sistema Single Bonding sa gledi stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko 2µm. Na kompozitu se uočava zrnasta struktura koja potiče od čestica različite veličine.



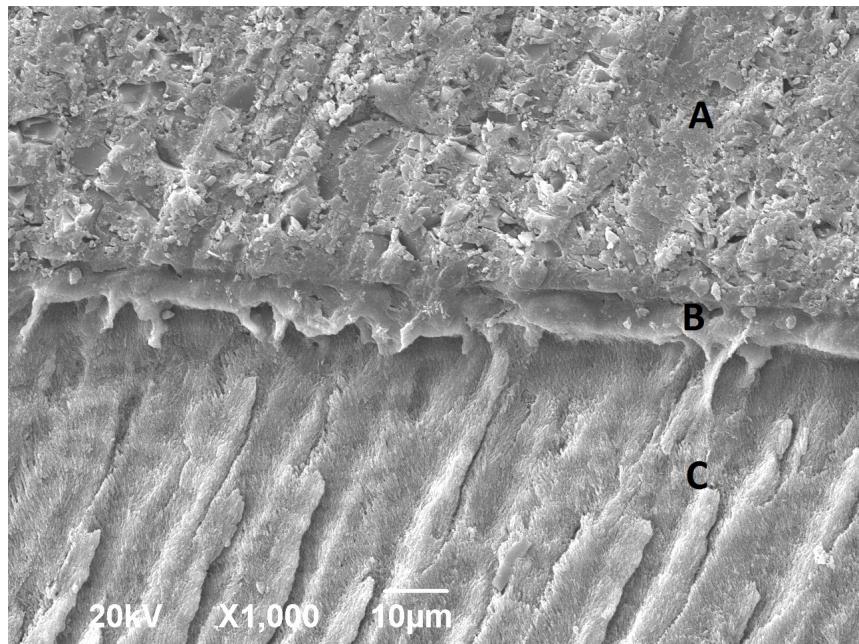
Slika 21. Odnos adhezivnog sistema OptiBond XTR sa gledi mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko 10µm. Gleđne prizme su slabije izražene strukture.



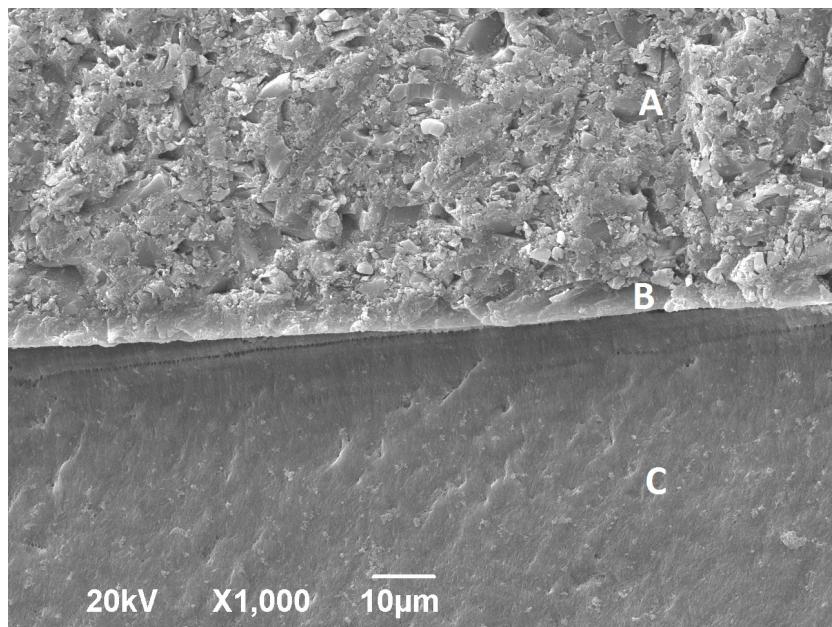
Slika 22. Odnos adhezivnog sistema OptiBond XTR sa gleđi mlečnog zuba uz nagrizanje ortofosfornom kiselinom. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $2\mu\text{m}$ . Na kompozitu se uočavaju defekti u vidu brazdi kao posledica pripreme uzoraka. Adhezivni sloj ostvaruje intiman kontakt sa gleđi.



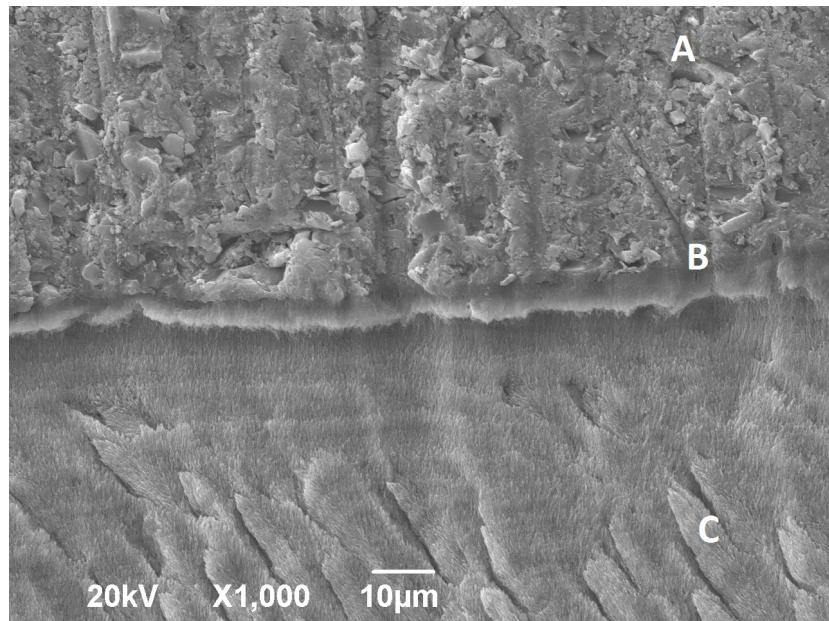
Slika 23. Odnos adhezivnog sistema OptiBond XTR sa gleđi stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $2\text{-}4\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj intimno naleže na gleđ strukturu sličnom produžecima smole.



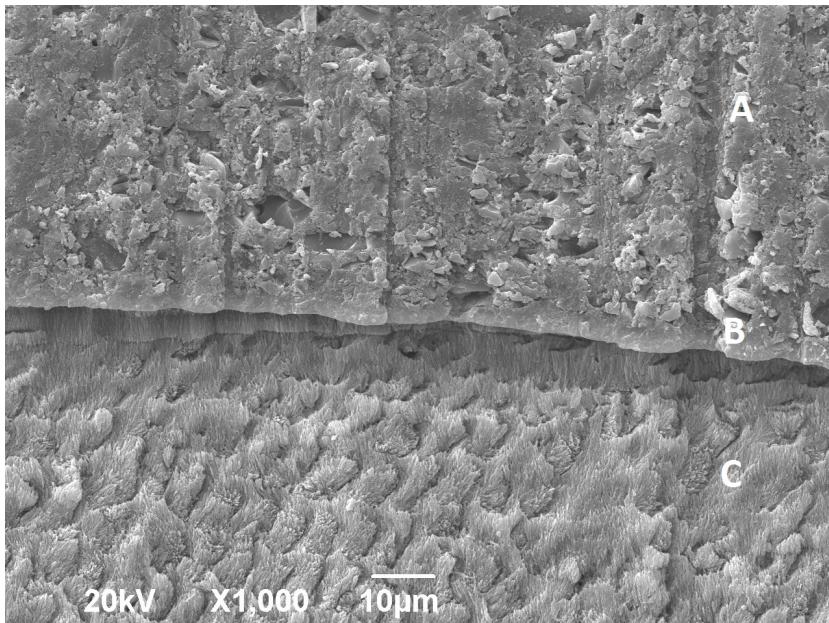
Slika 24. Odnos adhezivnog sistema Opti Bond XTR sa gleđi stalnog zuba uz nagrizanje ortofosfornom kiselinom. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $5\mu\text{m}$ . Uočava se intiman spoj adheziva i gleđi u vduju struktura koje podsećaju na produžetke smole.



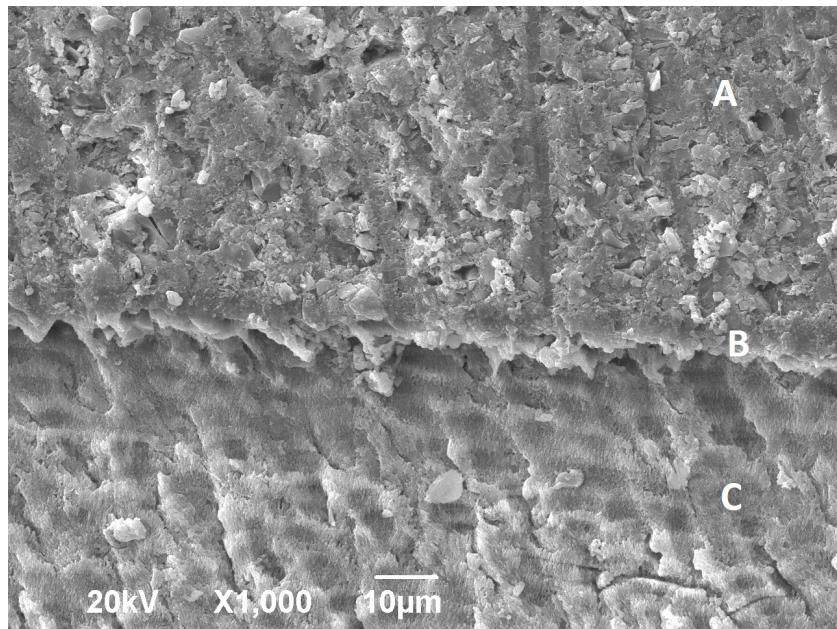
Slika 25. Odnos adhezivnog sistema OptiBond All-In-One sa gleđi mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $2\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj je ravnomerno raspoređen. Struktura gleđnih prizmi je slabije izražena.



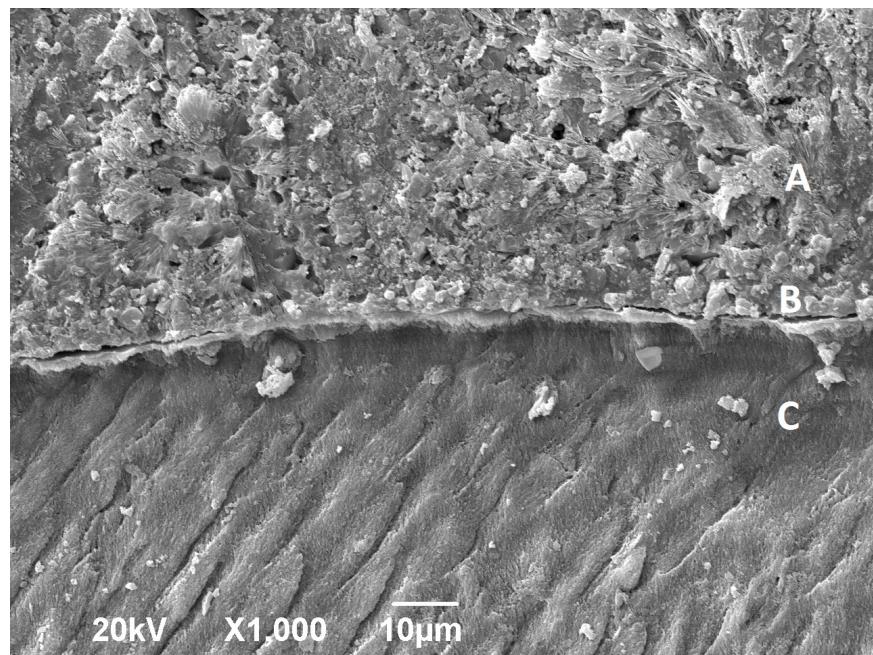
Slika 26. Odnos adhezivnog sistema OptiBond All-In-One sa gleđi mlečnog zuba uz nagrizanje ortofosfornom kiselinom. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $1\text{-}3\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj je neravnomerno raspoređen. Gleđne prizme su slabije izražene strukture ka adhezivnom sloju. Brazde na kompozitu su posledica obrade uzorka za mikroskopiju.



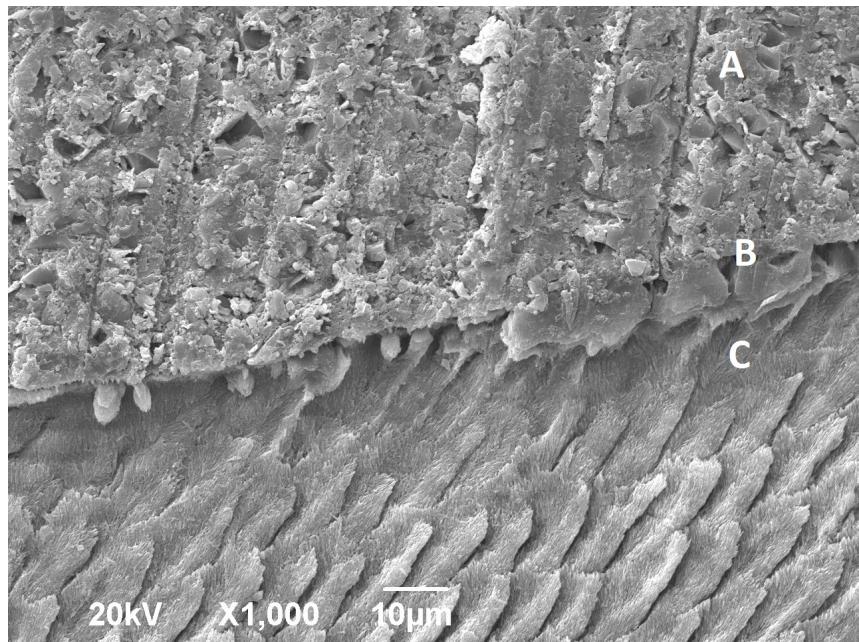
Slika 27. Odnos adhezivnog sistema OptiBond All-In-One sa gleđi stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $2\mu\text{m}$ . Na kompozitu su uočljive linije usled obrade uzorka za mikroskopiju.



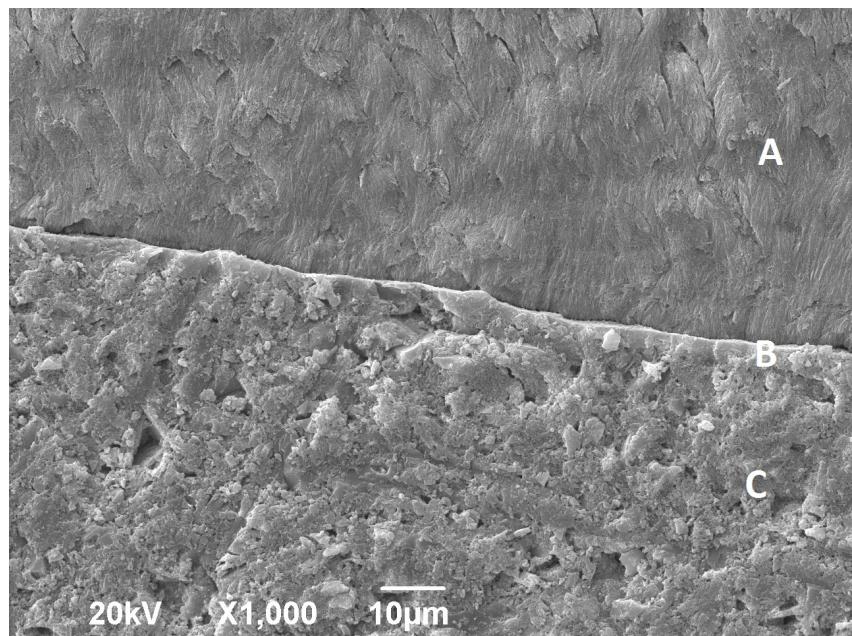
Slika 28. Odnos adhezivnog sistema OptiBond All-In-One sa gleđi stalnog zuba uz nagrizanje ortofosfornom kiselinom. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme slabije izražene strukture i adhezivni sloj debljine oko  $2\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj je kontinuiran ali nepravilnog oblika.



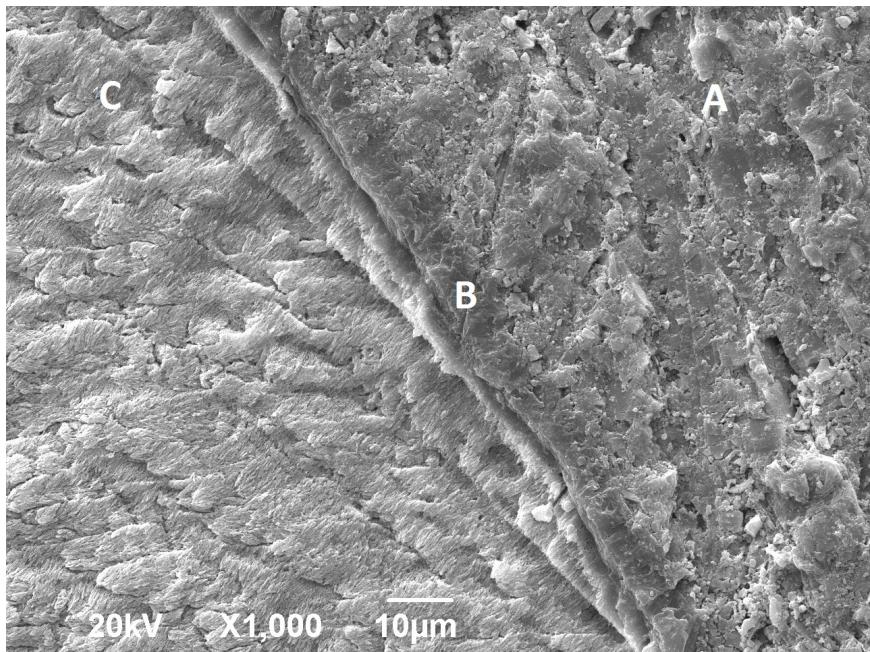
Slika 29. Odnos adhezivnog sistema Evetric sa gleđi mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $2\mu\text{m}$ . Na snimku se uočavaju pukotine između adhezivnog sloja i gleđi širine oko  $1\mu\text{m}$ . Gleđne prizme slabije vidljive strukture.



Slika 30. Odnos adhezivnog sistema Evetric sa gleđi mlečnog zuba uz nagrizanje ortofosfornom kiselinom. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju pravilno raspoređene gleđne prizme. Adhezivni sloj je debljine oko  $1\text{-}2\mu\text{m}$ . Na kompozitu su vidljivi tragovi obrade uzorka u vidu linija različite širine.



Slika 31. Odnos adhezivnog sistema Evetric sa gleđi stalnog zuba. A-gleđ; B-adhezivni sloj; C-kompozit. Na snimku se uočavaju gleđne prizme i adhezivni sloj debljine oko  $2\mu\text{m}$ . Gleđne prizme su slabije vidljive strukture ka adhezivnom sloju. Adhezivni sloj je neravnomerne debljine.

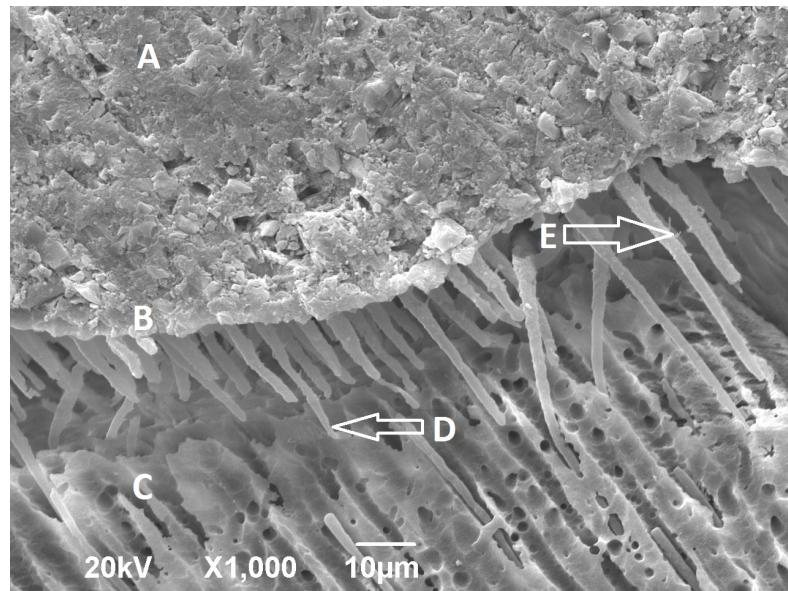


Slika 32. Odnos adhezivnog sistema Evetric sa gleđi stalnog zuba uz nagrizanje ortofosfornom kiselinom. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-gleđ. Na snimku se uočavaju gledne prizme slabije vidljive strukture. Adhezivni sloj je debljine oko  $2\mu\text{m}$ .

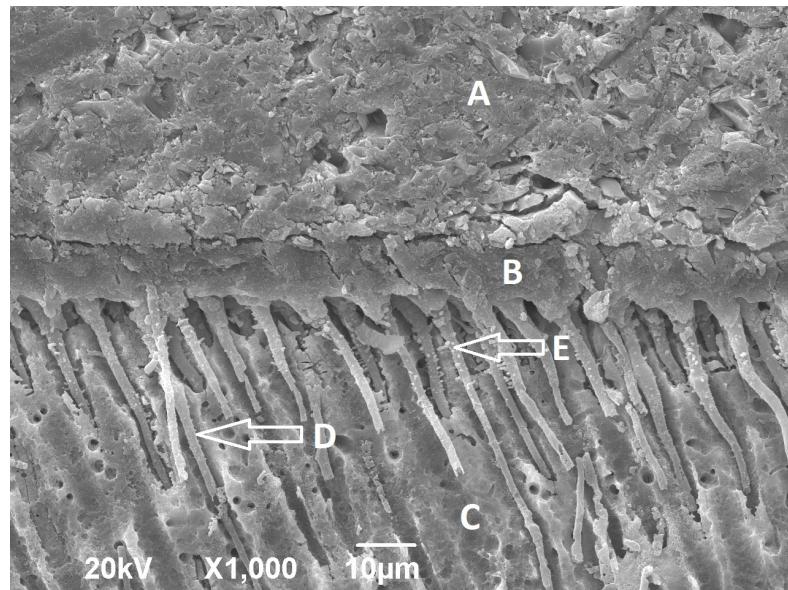
#### 4.2.2. Odnos adhezivnih sistema sa dentinom mlečnih i stalnih zuba

Ispitivanjem odnosa adhezivnih sistema sa dentinom mlečne i stalne denticije uočene su razlike u dobijenim rezultatima. Na uzorcima adhezivnih sistema sa nagrizanjem ortofosfornom kiselinom, OptiBond FL i OptiBond Solo Plus, uočava se prisustvo većeg broja produžetaka smole sa lateralnim nastavcima. Formirani produžeci smole su pravilog oblika, dužine i preko 40 µm. Adhezivni sistem sa nagrizanjem kiselinom Single Bonding je pokazao različite rezultate na dentinu mlečnih i stalnih zuba. Na dentinu mlečnih zuba nije bilo prisutnih produžetaka smole, ni pukotine između adhezvnog sloja i dentina. Na slici odnosa istog materijala sa dentinom stalnih zuba uočava se veći broj produžetaka smole sa lateralnim nastavcima. Produžeci smole su pravilnog oblika. Pregledom uzoraka samonagrizajućih adhezivnih sistema primećene su razlike u morfološkim karakteristikama spoja sa dentinom mlečnih i stalnih zuba. OptiBond XTR karakteriše prisustvo velikog broja produžetaka smole sa lateralnim nastavcima na dentinu mlečnih i stalnih zuba. Produžeci smole su pravilnog oblika, dužine preko 40 µm. Samonagrizajući adhezivni sistem OptiBond All-In-One je pokazao dvojake rezultate na dentinu mlečnih i stalnih zuba. Na dentinu mlečnih zuba se može videti veći broj produžetaka smole pravilnog oblika dužine preko 40 µm. Takođe su uočljivi lateralni nastavci produžetaka smole u manjem broju. Na dentinu stalnih zuba nije bilo prisutnih produžetaka smole, niti su vidljive pukotine između adhezvnog sloja i dentina. Univerzalni adhezivni sistemi nisu pokazali značajnu međusobnu razliku u odnosu na dentin.

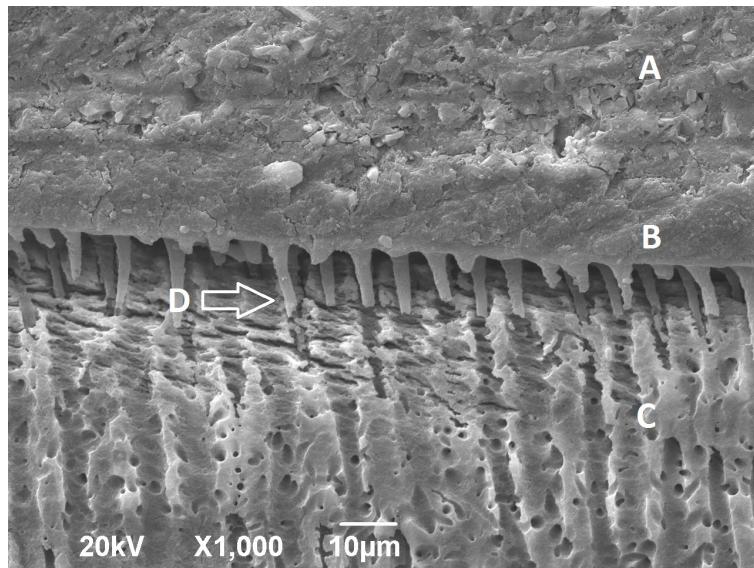
Na svim slikama se uočava karakteristična građa dentina u vidu dentinskih tubula. Na slikama mlečne denticije se može reći da su dentinske tubule nepravilnijeg rasporeda i veličine u odnosu na stalnu denticiju. Debljina adhezivnog sloja varira od 2 do 20µm. Na kompozitu se uočavaju manji defekti nastali tokom pripreme uzoraka za mikroskopiju. Na svim uzorcima je prisutna zrnasta građa kompozita kao posledica građe materijala tj. različite veličine čestica u materijalu.



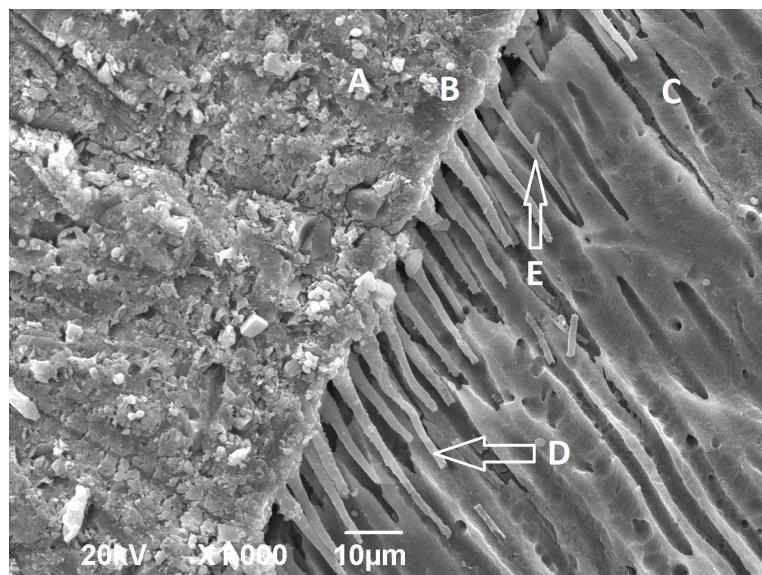
Slika 33. Odnos adhezivnog sistema OptiBond FL sa dentinom mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin; D-produžeci smole; E-lateralni produžeci smole. Na snimku se uočavaju otvori dentinskih tubula sa produžecima smole dužine oko  $40\mu\text{m}$ . Prisutni su i lateralni produžeci smole. Adhezivni sloj je debljine oko  $2\mu\text{m}$ .



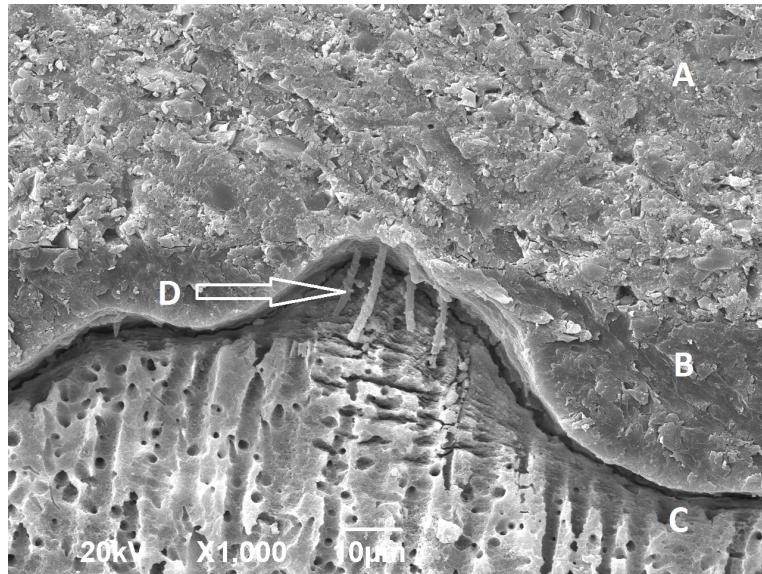
Slika 34. Odnos adhezivnog sistema OptiBond FL sa dentinom stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin; D-produžeci smole; E-lateralni produžeci smole. Na snimku se uočavaju otvori dentinskih tubula sa velikim brojem produžetaka smole dužine oko  $40\mu\text{m}$ . Prisutni su produžeci smole dužine preko  $50\mu\text{m}$  i lateralni produžeci smole. Adhezivni sloj je homogen, ravnomerno raspoređen, debljine oko  $10\mu\text{m}$ .



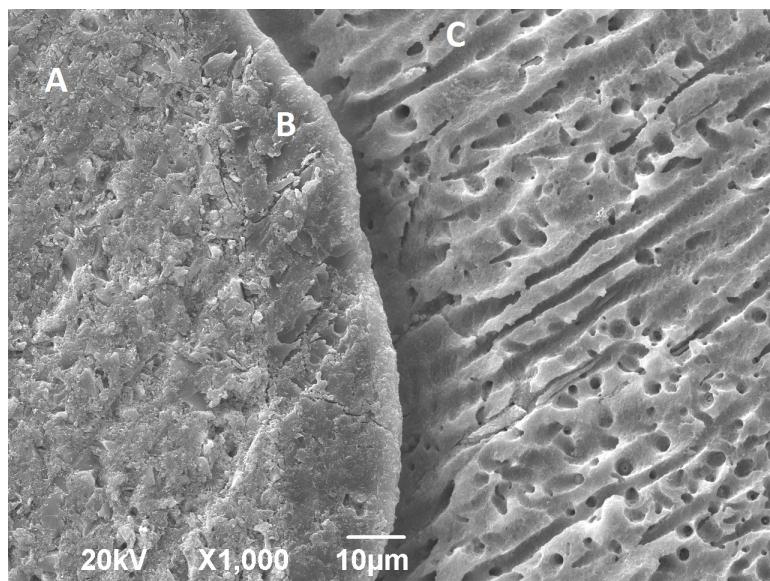
Slika 35. Odnos adhezivnog sistema OptiBond Solo Plus sa dentinom mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin; D-produžeci smole. Na snimku se uočavaju otvoru dentinskih tubula sa produžecima smole dužine oko  $10\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj je ravnomerno raspoređen debljine oko  $2\mu\text{m}$ .



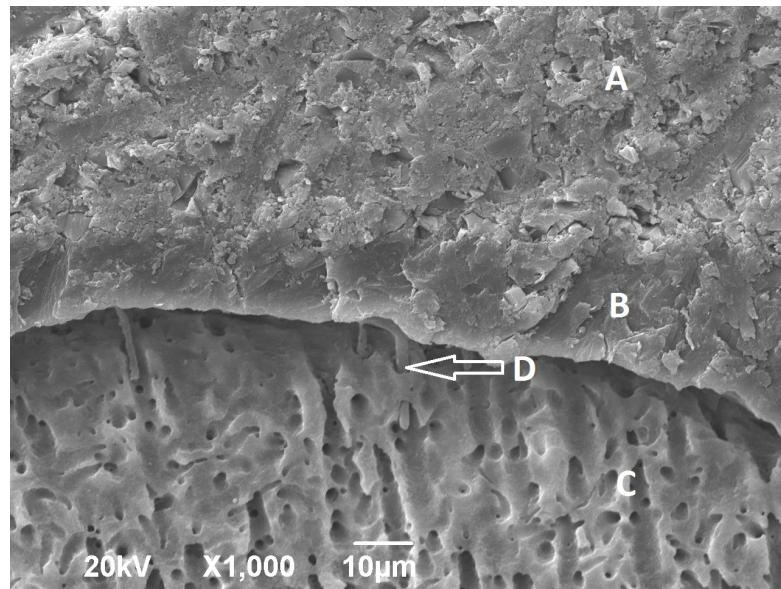
Slika 36. Odnos adhezivnog sistema OptiBond Solo Plus sa dentinom stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin; D-produžeci smole; E-lateralni produžeci smole. Na snimku se uočavaju široki otvoru dentinskih tubula sa produžecima smole dužine oko  $40\mu\text{m}$ . Prisutni su i lateralni produžeci smole. Adhezivni sloj je debljine oko  $5\mu\text{m}$ . Na kompozitu prisutni defekti u vidu brazdi od obrade uzoraka za mikroskopiju.



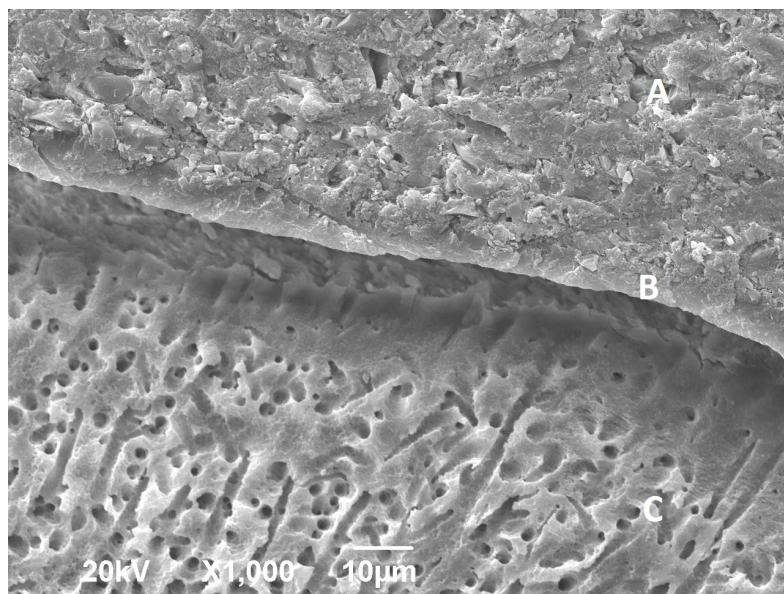
Slika 37. Odnos adhezivnog sistema AdheSE Universal sa dentinom mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin; D-produžeci smole. Na snimku se uočavaju otvori dentinskih tubula sa manim brojem produžetaka smole dužine oko  $20\mu\text{m}$ . Prisutni su i manji lateralni produžeci smole. Debljina adhezivnog sloja je od 2 do  $25\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj nije ravnomerno raspoređen. Na kompozitu vidljivi defekti od obrade uzorka za mikroskopiju.



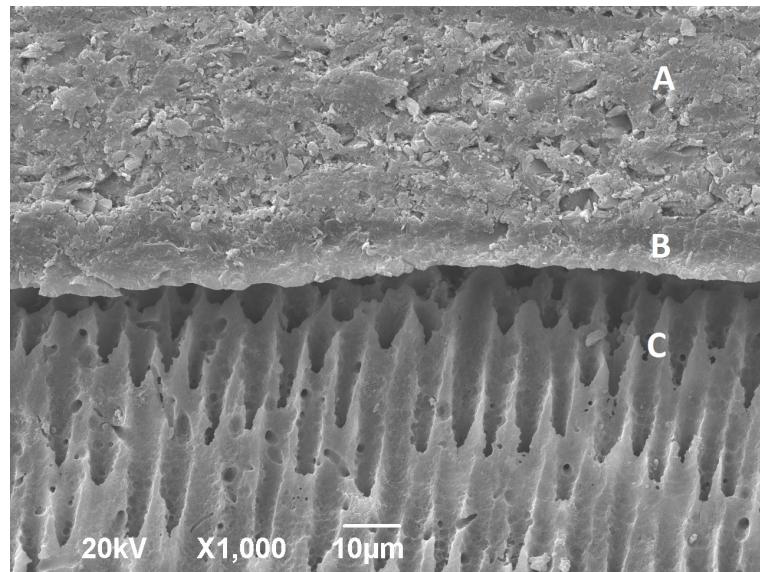
Slika 38. Odnos adhezivnog sistema AdheSE Universal sa dentinom stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin. Na snimku se uočavaju otvori dentinskih tubula sa retkim produžecima smole. Adhezivni sloj je neravnomerno raspoređen, debljine od 2 do  $10\mu\text{m}$ .



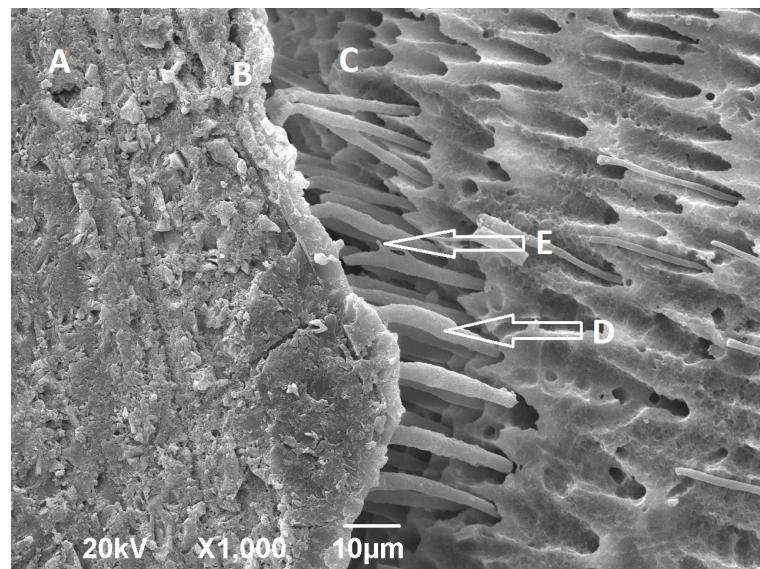
Slika 39. Odnos adhezivnog sistema Single Bond Universal sa dentinom mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin; D-produžeci smole. Na snimku se uočavaju otvori dentinskih tubula sa produžecima smole dužine oko  $20\mu\text{m}$ . Adhezivni sloj je ravnomerno raspoređen, debljine oko  $10\mu\text{m}$ .



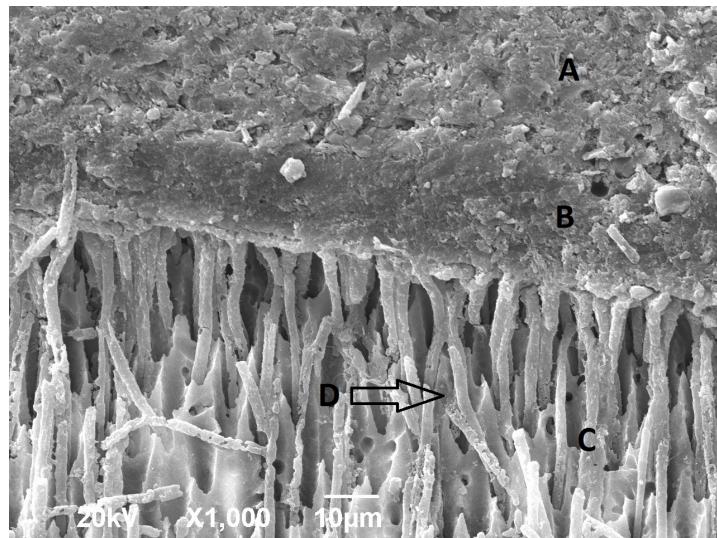
Slika 40. Odnos adhezivnog sistema Single Bond Universal sa dentinom stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin. Na dentinu se uočavaju otvori dentinskih tubula. Adhezivni sloj je homogen, ravnomerno raspoređen, debljine oko  $2\mu\text{m}$ .



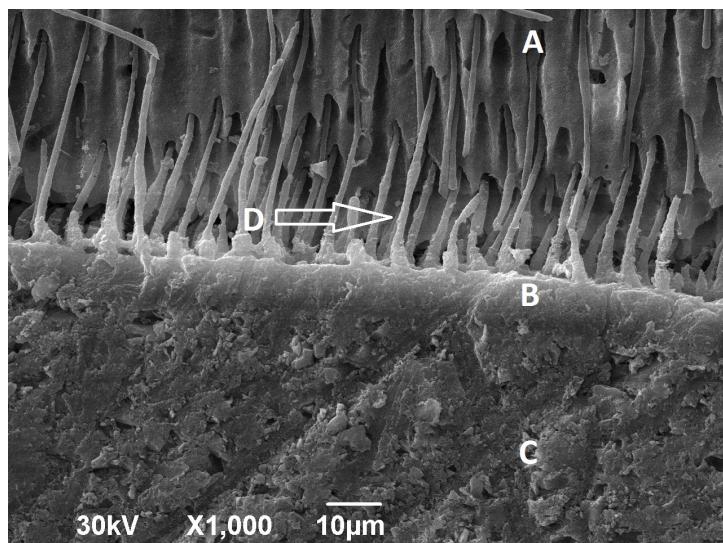
Slika 41. Odnos adhezivnog sistema Single Bonding sa dentinom mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin. Na snimku se uočavaju široki otvori dentinskih tubula. Adhezivni sloj je homogen, debljine od 2 do 10µm.



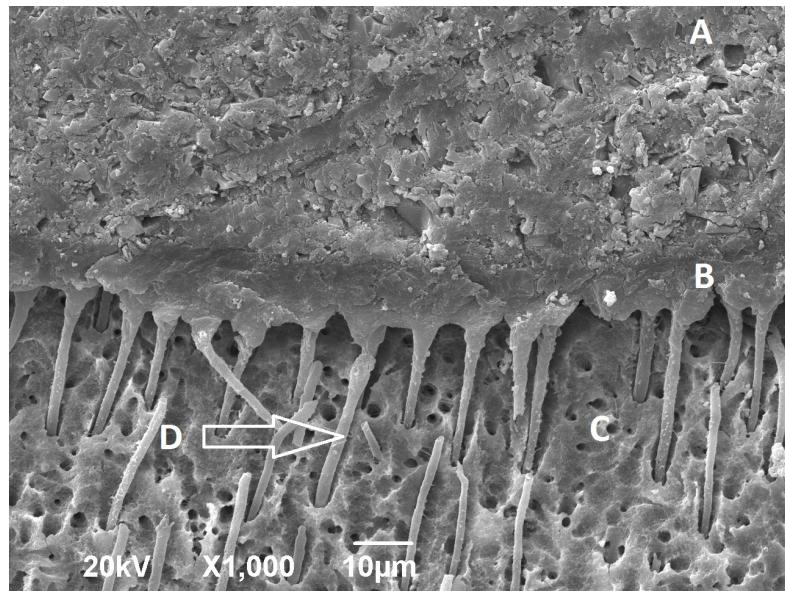
Slika 42. Odnos adhezivnog sistema Single Bonding sa dentinom stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C dentin; D-produžeci smole; E-lateralni produžeci smole. Na dentinu se uočavaju široki otvori dentinskih tubula sa produžecima smole dužine oko 40µm. Prisutni su i lateralni produžeci smole. Adhezivni sloj je neravnomerno raspoređen, debljine oko 2µm.



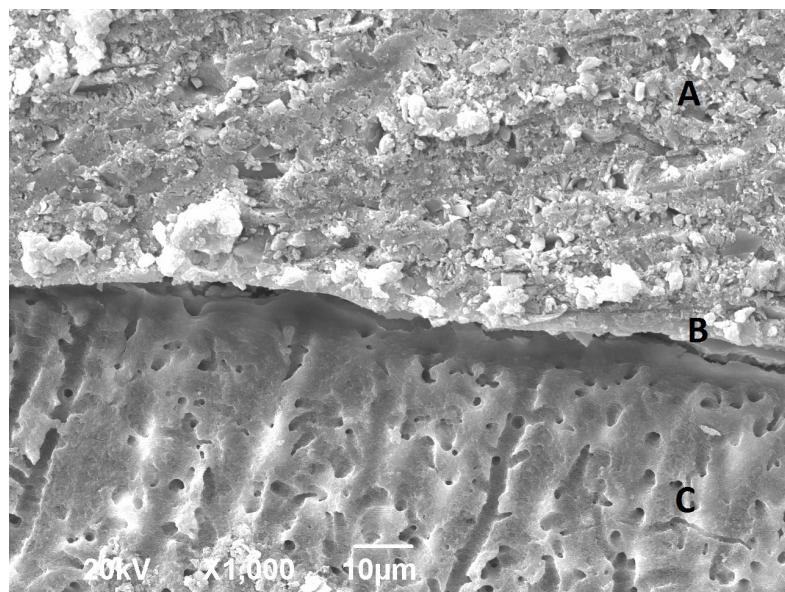
Slika 43. Odnos adhezivnog sistema OptiBond XTR sa dentinom mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin; D-produžeci smole. Na snimku se uočavaju otvori dentinskih tubula sa brojnim produžecima smole dužine oko 50µm. Prisutni su i lateralni produžeci smole. Adhezivni sloj je homogen, debljine oko 10µm.



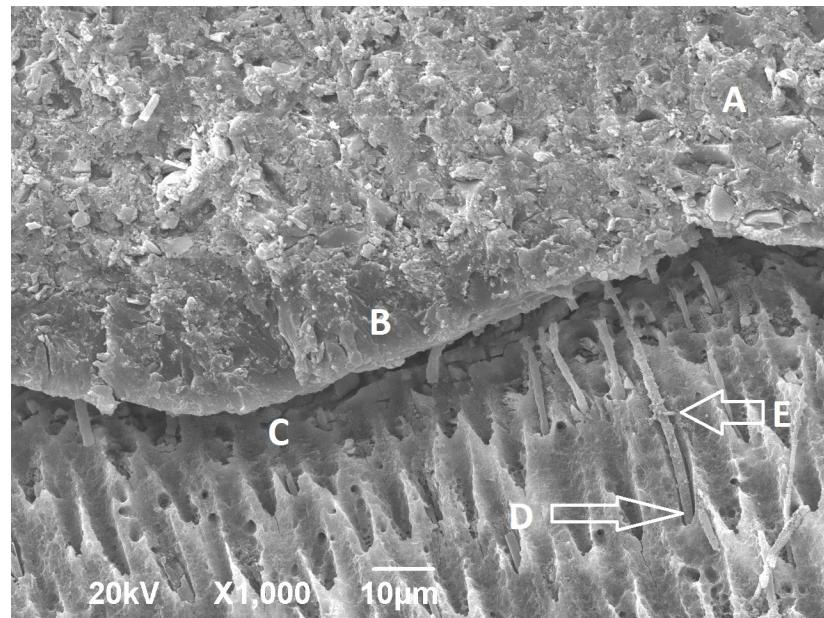
Slika 44. Odnos adhezivnog sistema OptiBond XTR sa dentinom stalnog zuba. A-dentin; B-adhezivni sloj; C-kompozit; D-produžeci smole. Na snimku se uočavaju otvori dentinskih tubula sa brojnim produžecima smole dužine oko 40µm. Prisutni su i lateralni produžeci smole. Adhezivni sloj je homogen i ravnomerno raspoređen, debljine oko 5µm.



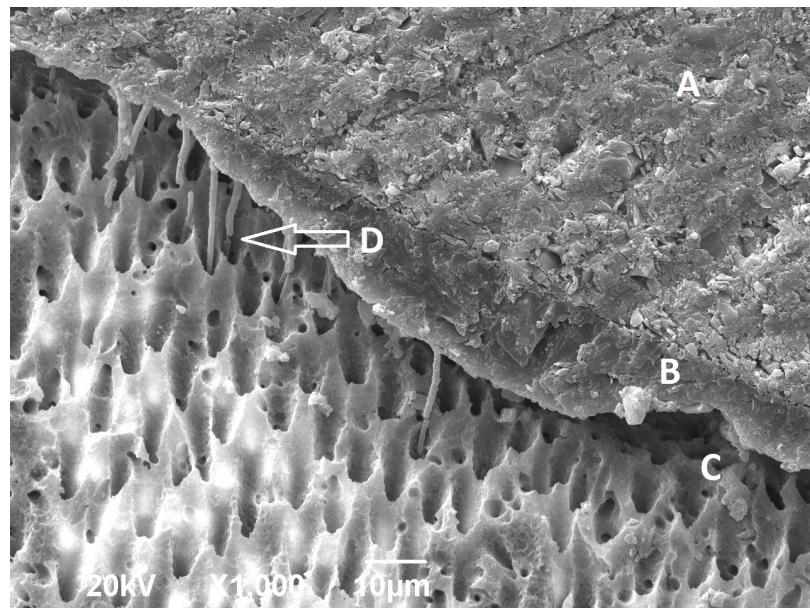
Slika 45. Odnos adhezivnog sistema OptiBond All-In-One sa dentinom mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin; D-produžeci smole. Na snimku se uočavaju otvori dentinskih tubula sa produžecima smole dužine oko  $30\mu\text{m}$ . Otvori dentinskih tubula su neravnomerno raspoređeni i različite veličine. Ahezivni sloj je debljine oko  $10\mu\text{m}$ .



Slika 46. Odnos adhezivnog sistema OptiBond All-In-One sa dentinom stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin. Na snimku se uočavaju otvori dentinskih tubula. Adhezivni sloj je debljine oko  $2\mu\text{m}$ .



Slika 47. Odnos adhezivnog sistema Evetric sa dentinom mlečnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin; D-produžeci smole; E-lateralni produžeci smole. Na snimku se uopćavaju otvori dentinskih tubula sa malobrojnim produžecima smole dužine oko 40µm. Takođe se uočavaju lateralni produžeci smole. Adhezivni sloj je debljine oko 5µm.



Slika 48. Odnos adhezivnog sistema Evetric sa dentinom stalnog zuba. A-kompozit; B-adhezivni sloj; C-dentin; D-Produžeci smole. Na snimku se uočavaju široki otvori dentinskih tubula sa malobrojnim produžecima smole dužine oko 20-30µm. Adhezivni sloj je neravnomerno raspoređen, debljine od 2 do 20µm.

## **5. DISKUSIJA**

### **5.1. Diskusija rezultata jačine veze**

Rezultati izvršenog istraživanja dovode do prihvatanja hipoteze da vrsta adhezivnog sistema i razlika u sastavu mlečnih i stalnih zuba ne utiče na jačinu veze i odnos zub/adhezivni sistem/kompozitni materijal tokom testiranja.

Ispitivanje stomatoloških materijala predstavlja neophodnost obzirom na brzi tehnološki razvoj i konstantno predstavljanje novijih, boljih i savršenijih materijala na tržištu. Iako klinička istraživanja stomatoloških materijala mogu pružiti najviše pouzdanih informacija, ovakva istraživanja najčešće traju nekoliko godina i do trenutka objavljivanja dobijenih rezultata može se desiti da ispitivani materijal više i ne postoji na tržištu. Laboratorijski testovi sa druge strane predstavljaju brz i efikasan način za ispitivanje stomatoloških materijala koji pruža pouzdane informacije o samom materijalu, ali sa ograničenim informacijama o kliničkom značaju i primeni ispitivanog materijala.

U ispitivanju adhezivnih sistema u ovom istraživanju korišćen je laboratorijski test na mikroistezanje uzoraka i uzorci oblika štapića. Odluka o vrsti odgovarajućeg laboratorijskog testa je donešena na osnovu podataka u literaturi (95-97).

Laboratorijska istraživanja samonagrizajućih adhezivnih sistema na dentinu podrazumevaju formiranje razmaznog sloja silikonskim papirom odgovarajuće abrazivnosti. Kako bi rezultati laboratorijskih istraživanja bili što relevantniji za kliničku praksu, važno je da razmazni sloj stvoren u laboratorijskim uslovima bude što sličniji razmaznom sloju koji se formira u kliničkim uslovima. Razmazni sloj na dentinu formiran abrazivnim papirom finoće zrna 600 je tanji u odnosu na kliničke uslove i ne može biti reprezentativan zbog toga što su mogući lažno pozitivni rezultati, te se preporučuje papir finoće zrna 180 (109-111). Iako se ovi adhezivni sistemi tehnološki konstantno unapređuju, još uvek postoji mogućnost da ne mogu da prođu kroz razmazni sloj tj. da dođe do poništavanja njihove kiselosti mineralnim sastojcima razmaznog sloja veće debljine (14, 112). Relativno novije istraživanje problematike razmaznog sloja u laboratorijskim uslovima pokazalo je da obrada dentina silikonskim papirom finoće zrna 320 svojim karakteristikama u najvećoj meri odgovara razmaznom sloju nakon preparacije (107). Uzevši u obzir podatke dostupne u literaturi, u ovom istraživanju je korišćen silikonski papir finoće zrna 320.

U istraživanju je ispitano osam adhezivnih sistema: tri sistema sa potpunim nagrizanjem gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom, tri samonagrizujuća i dva univerzalna adhezivna sistema. Podaci o ispitivanim adhezivnim sistemima se nalaze u tabeli broj 2 i 3.

Srednje vrednosti jačine veze ispitivanih adheziva se kreću od 7.1 MPa (Opti Bond All-In-One) do 24.14 MPa (OptiBond XTR) na gleđi stalnih zuba, 9.36 MPa (Opti Bond All-In-One) do 25.98 MPa (OptiBond FL) na gleđi mlečnih zuba, 10.53 MPa (Opti Bond All-In-One) do 29.77 MPa (OptiBond XTR) na dentinu stalnih zuba i 9.9 MPa (Opti Bond All-In-One) do 29.95 MPa (OptiBond XTR) na dentinu mlečnih zuba.

Rezultati ovog istraživanja su pokazali određene razlike u vrednostima jačine veze bilo da se radi o mlečnim ili stalnim zubima tj. gleđi ili dentinu mlečnih i stalnih zuba. Adhezivni sistemi sa potpunim nagrizanjem gleđi i dentina ortofosfornom kiselinom su pokazali visoke vrednosti jačine veze kako na gleđi tako i na dentinu. Ovakav rezultat se može pripisati činjenici da se u okviru sistema primenjuje ortofosforna kiselina koja na gleđi dovodi do stvaranja mikroprostora dovoljno velikih za prodiranje adheziva te stvaranje sigurne i stabilne veze. Na dentinu je mehanizam delovanja ovih adheziva takođe dobro ispitana i razlog visokih vrednosti jačine veze se može objasniti nagrizanjem dentina i uklanjanjem razmaznog sloja tj. otvaranjem dentinskih tubula te prodiranjem adheziva u dentinske kanaliće. Statistički značajne razlike su uočene kod adhezivnih sistema OptiBond Solo Plus i OptiBond FL koji su ostvarili više vrednosti jačine veze na gleđi mlečnih zuba u odnosu na stalne. Na osnovu dobijenih rezultata može se spekulisati da je nagrizanje ortofosfornom kiselinom na mlečnim zubima bilo potpunije tj. da je postignuto potpuno rastvaranje aprizmatične gleđi. Uklanjanjem aprizmatične gleđi se stvara pristup prizmatičnoj gleđi koja je prijemčivija za adhezivnu proceduru te jačina veze ima više vrednosti.

Kod samonagrizujućih adhezivnih sistema OptiBond XTR je postigao najviše vrednosti jačine veze na dentinu mlečnih i stalnih zuba. Opti Bond All-In-One je na dentinu pokazao najniže vrednosti od svih ispitivanih adhezivnih sredstava. Na gleđi mlečne i stalne dentice su samonagrizući adhezivni sistemi primenjeni sa i bez prethodnog nagrizanja ortofosfornom kiselinom. Svi samonagrizući adhezivni sistemi na gleđi su ostvarili više vrednosti jačine veze kada je korišćen dodatni korak nagrizanja ortofosfornom kiselinom ali na mlečnim zubima bez statistički značajne razlike. Na stalnim zubima, statistički značajno veća jačina veze nakon nagrizanja utvrđena je za Single Bond Universal i Evetric Bond.

OptiBond FL predstavlja dobro poznat adhezivni sistem sa potpunim nagrizanjem gleđi i dentina u tri koraka. Pomenuti adhezivni sistem se u istraživanjima često koristi kao kontrolna grupa a u literaturi je opisan kao zlatni standard kada se vrše poređenja sa

adhezivnim sistemima novije generacije (16, 27). Očekivano bi bilo da su rezultati ovog materijala pokazali više vrednosti u odnosu na ostala dva ispitivana adheziva sa potpunim nagrizzanjem ali u ovom istraživanju to nije slučaj. OptiBond Solo Plus i Single Bond predstavljaju takozvane pojednostavljenе adhezivne sisteme kod kojih su prajmer i bond pomešani u jednoj boci. Zahvaljujući njihovoј većoj hidrofilnosti očekivane su niže vrednosti jačine veze u odnosu na OptiBond FL ali u ovom istraživanju to nije slučaj. Šta više, pojednostavljeni adhezivni sistemi nisu pokazali statistički značajnu razliku u odnosu na OptiBond FL ni na jednom ispitivanom substratu. Može se spekulisati da su ovakvi rezultati postignuti zahvaljujući sličnom sastavu adhezivnih sistema sa potpunim nagrizzanjem. Naime, OptiBond FL i OptiBond Solo Plus sadrže Bis-GMA, HEMA, GPDM, barium aluminijum borosilikatno staklo, natrijum heksafluorosilikat i različit procenat punioca u okviru adheziva a kao rastvarač koriste etanol, dok OptiBond FL u okviru prajmera sadrži vodu i MMEP pored HEMA i GPDM.

Samonagrizujući adhezivni sistemi su na gleđi i dentinu mlečne i stalne denticije u najvećoj meri pokazali statistički uporedive vrednosti jačine veze u poređenju sa adhezivnim sistemima sa potpunim nagrizzanjem gleđi i dentina. Ovakvi rezultati su u saglasnosti sa ranije sprovedenim istraživanjima (16, 75, 106, 113-118). Niže vrednosti jačine veze, iako bez statistički značajne razlike, se mogu pripisati umanjenom potencijalu nagrizanja samonagrizujućih adhezivnih sistema ukoliko se govori o gleđi, te slabijoj mikromehaničkoj retenciji (16, 72). OptiBond XTR je postigao visoke vrednosti jačine veze u svim grupama i podgrupama. Ovakvi rezultati se mogu objasniti sastavom samog adhezivnog sistema i njegovom kiselosću. OptiBond XTR ima sastav sličan OptiBond FL-u i OptiBond Solo Plus-u, pa se može spekulisati da fosfatne grupe ovog adheziva nagrizaju strukture zuba i stvaraju hemijske veze sa kalcijumom u gleđi (115). OptiBond XTR i pored visokih vrednosti na gleđi stalnih zuba nije postigao statistički značajnu razliku u odnosu na ostale samonagrizuće i univerzalne adhezivne sisteme, izuzev Opti Bond All-In-One, Evetric Bond bez nagrizanja i Single Bond Universal bez nagrizanja, što je u saglasnosti sa drugim istraživanjima (29, 72, 75, 79, 119, 120). Na dentinu, više visoke vrednosti jačine veze OptiBond XTR-a u poređenju sa adhezivnim sistemima sa potpunim nagrizzanjem su u saglasnosti sa više istraživanja (113, 115, 118, 121). Iako je dokazano da dužina produžetaka smole i dubina nagrizanja ne utiču značajno na jačinu veze sa dentinom (118, 122), objašnjenje za postignute vrednosti jačine veze može biti njegova kiselost tj pH vrednost koja se menja sa početnih 2.4 na 1.6 nakon isparavanja rastvarača i potpunije nagrizanje prajmerom slično adhezivnim sistemima sa potpunim nagrizzanjem. Evetric Bond i Opti Bond All-In-One predstavljaju klasične

samonagrizajuće adhezivne sisteme. Opti Bond All-In-One u ovom istraživanju je postigao najniže vrednosti jačine veze na gleđi i dentinu kako mlečnih tako i stalnih zuba u odnosu na sve ispitivane adhezivne sisteme. Navedeni adhezivni sistem sadrži GPDM monomer, kao i ostali adhezivni sistemi istog proizvođača, zadužen za vezu sa kristalima hidroksiapatita putem kalcijumovih jona. Pored ovog monomera ovaj sistem čine i mono i di-funkcionalni monomeri, tri vrste nanopunioca, natrijum heksafluorosilikat zadužen za oslobođanje fluorida i vodu, a aceton i etanol sadrži kao rastvarače. Obzirom na pH vrednost ispitivanog adhezivnog sistema od 2.5 očekivane su nešto niže vrednosti jačine veze. Ipak, vrednosti jačine veze pomenutog adhezivnog sistema u ovom istraživanju su značajno niže u odnosu na rezultate koji se mogu naći u literaturi (118, 123, 124). Obzirom da je pomenuti adhezivni sistem korišćen striktno po uputstvu proizvođača, razlika u vrednosti jačine veze se može objasniti statističkom analizom tj. uključivanjem polomljenih uzoraka u analizu kao nultih vrednosti što dovodi do nižih srednjih vrednosti i izrazito visokih vrednosti standardne devijacije, naročito na gleđi. Jedan od problema testiranja uzoraka mikroistezanjem jeste pojava preloma uzoraka pre samog testiranja (98). Problem uključivanja pomenutih rezultata može se rešiti dodeljivanjem najnižih postignutih rezultata ili unošenjem nultih vrednosti (108, 125). U ovom istraživanju su u okviru statističke analize svim polomljenim uzorcima ispitivanih materijala dodeljivane nulte vrednosti što dovodi do nižih srednjih vrednosti jačine veze i viših vrednosti standardnih devijacija.

AdheSE Universal i Single Bond Universal predstavljaju novu grupu adhezivnih sistema koji se mogu koristiti kao samonagrizajući, metodom selektivnog nagrizanja i metodom potpunog nagrizanja (69, 126). Oba ispitivana univerzalna adhezivna sistema spadaju u grupu blagih adhezivnih sistema obzirom na vrednost pH između 2.5 i 3. Zbog njihove umanjene kiselosti u poređenju sa sistemima sa potpunim nagrizanjem, vrednosti jačine veze na gleđi kada se koriste kao samonagrizajući sistemi su u opsegu vrednosti drugih samonagrizajućih adheziva. U prethodnom tekstu je naveden i objašnjen mehanizam vezivanja samonagrizajućih adhezivnih sistema za gleđ i istaknut je problem vezivanja naročito ukoliko se govori o intaktnoj gleđi (26, 50). Single Bond Universal je postigao statistički značajnu razliku u vrednosti jačine veze na gleđi stalnih zuba kada je korišćen dodatni korak nagrizanja gleđi. Ovakvi rezultati su delimično u saglasnosti sa već objavljenim istraživanjima (69, 127). U istraživanju Loguercio i saradnici (127) AdheSE Universal i Single Bond Universal su ostvarili jaču vezu sa gleđi u odnosu na druge ispitivane adhezivne sisteme što su autori pripisali njihovom hemijskom sastavu tj. prisustvu MDP-a i polimera metakrilat karboksilne kiseline kod AdheSE Universal, odnosno MDP-a i kopolimera metakrilat modifikovane

polialkenoične kiseline (128-130). Ispitivani univerzalni adhezivni sistemi su na dentinu u okviru ovog istraživanja postigli vrednosti slične samonagrizajućim adhezivnim sistemima što je u saglasnosti sa podacima iz literature (3, 61).

Poređenjem dobijenih rezultata na mlečnim i stalnim zubima može se uočiti da kod većine ispitivanih materijala nema statistički značajne razlike. Dva ispitivana adhezivna sistema, OptiBond FL i OptiBond Solo Plus, su ostvarila statistički značajno veće vrednosti jačine veze na gleđi mlečnih zuba u odnosu na stalne. Dodatni korak nagrizanja gleđi mlečnih i stalnih zuba najvećim delom nije uticao na povećanje vrednosti jačine veze samonagrizajućih adhezivnih sistema. Takvi rezultati su u saglasnosti sa podacima iz literature (131-133). Bez obzira na već pomenute razlike u strukturi dentina mlečne i stalne denticije, ispitivani adhezivi su postigli približno iste vrednosti jačine veze bez obzira na vrstu denticije. Statističkom analizom je utvrđeno da ne postoji statistički značajna razlika između jačine veze na dentinu mlečnih zuba i jačine veze na dentinu stalnih zuba ni kod jednog adhezivnog sistema. Ovakvi rezultati su u saglasnosti sa podacima iz literature (134, 135).

Selektivno nagrizanje tj. dodatni korak nagrizanja ortofosfornom kiselinom je uticao na jačinu veze kod određenih adhezivnih sistema. Kod samonagrizajućih adhezivnih sistema OptiBond All-In-One i Evetric Bond kao i kod univerzalnog sistema Single Bond Universal uočena je statistički značajno viša vrednost jačine veze nakon nagrizanja gleđi stalnih zuba.

Nagrizanje ortofosfornom kiselinom predstavlja opšte prihvaćen metod pripreme čvrstih zubnih tkiva neposredno pre adhezivne procedure. Kiselina stvara poroznu površinu zahvaljujući rastvaranju gleđnih prizmi. U prostore stvorene na ovaj način prodire adheziv čime se postiže mikromehanička retencija i kvalitetno rubno zaptivanje (50, 66, 67, 136, 137). Iako postoji više vrsta kiselina koje se mogu koristiti za nagrizanje (piruvična, citrična, oksalatna, nitrična), ortofosforna kiselina predstavlja materijal izbora obzirom na rezultate koje postiže. U početku su korišćene visoke koncentracije ortofosforne kiseline od čak 85% kako bi se kasnije koncentracija svela na savremenih 32-37% (138). Uporedo sa smanjivanjem koncentracije skraćivano je i vreme primene ortofosforne kiseline. U početku je predlagano različito vreme nagrizanja za mlečne i stalne zube, tj predlagano je da vreme nagrizanja gleđi mlečnih zuba bude duplo duže u odnosu na vreme nagrizanja gleđi stalnih zuba. Sa početnih 120 sekundi, vreme nagrizanja gleđi mlečnih zuba je postepeno skraćivano na 60 sekundi, dok se prema savremenim preporukama gled mlečnih zuba nagriza 20 do 30 sekundi (53, 138-144). Više istraživanja je pokazalo da vreme nagrizanja gleđi može biti skraćeno bez posledica po jačinu veze i bez ugrožavanja propustljivosti (138). Nagrizanje obrađene gleđi u trajanju od 15 sekundi pruža mikromehaničku retenciju koja se može

porediti sa retencijom nakon nagrizanja od 60 sekundi, pod uslovom da se radi o čistoj gleđi koja nije kontaminirana pljuvačkom (138, 145-147).

Svrha nagrizanja gleđi ortofosfornom kiselinom je uklanjanje razmaznog sloja, razgradnja hidroksiapatita, stvaranje veće retencione površine i mogućnost prodiranja adheziva u interprizmatične prostore radi ostvarivanja jake i stabilne veze. Početna istraživanja adhezivnih sistema su najvećim delom bila koncentrisana na razmazni sloj na dentinu te je značaj razmaznog sloja na gleđi bio zanemarivan (138, 148). Smatrano je da je nakon preparacije gleđi dovoljno ispiranje vodom nakon čega bi se obavljala adhezivna procedura. Ovakva metodologija istraživanja je na žalost bila loša jer je pružala pogrešne rezultate tj dobijeni rezultati su bili ostvareni sa razmaznim slojem umesto sa gleđi, vrednosti jačine veze su bile oko 5MPa i lomovi uzoraka su najvećim delom bili kohezivni u okviru samog razmaznog sloja (138, 149). Iako razmazni slojevi na gleđi i dentinu izgledaju slično pretpostavlja se da se razlikuju obzirom na razlike tvrdih zubnih tkiva od kojih potiču (150, 151). Razmazni sloj gleđi se sastoji najvećim delom od čvrsto vezanih polomljenih delova apatita koji potiču od većih kristala oštećenih tokom preparacije (138, 151). Za razliku od razmaznog sloja na dentinu, razmazni sloj na gleđi i pored tehnoloških dostignuća i dalje nije u potpunosti razjašnjen (138). Iako predstavlja nepoznanicu, razmazni sloj je rastvorljiv i osetljiv na kiselinu pa od kako je uvedena tehnika nagrizanja ortofosfornom kiselinom ne predstavlja prepreku za adheziju (138, 152). Interpretacija dejstva kiseline i adhezivnih sistema na neobrađenu gleđ predstavlja jedan od problema adhezivne stomatologije (138, 153). Kao što je već pomenuto, površinski, aprizmatični sloj gleđi je otporniji na dejstvo kiseline i manje propustljiv za adhezivne smole. Samim tim nagrizanjem aprizmatičnog sloja gleđi površina koja se dobija nakon ispiranja predstavlja mešavinu prizmatičnih i aprizmatičnih polja ispod kojih se nalaze prizmatični slojevi. Debljina hibridnog sloja koja se postiže na ovaj način je 8-10  $\mu\text{m}$  (138). Iako je moguće da veće ploče aprizmatične gleđi ostanu prisutne, rešenje može biti u dinamičnom nanošenju kiseline kada se konstantno na površinu gleđi nanosi nov i svež sloj kiseline čime se može postići gotovo kompletno uklanjanje aprizmatičnog sloja gleđi (154).

Na gleđi mlečnih zuba je dokazano postojanje debljeg aprizmatičnog sloja i usled toga je u početku bilo preporučeno nagrizanje u trajanju od čak 120 sekundi koje je naknadno redukovano (155). Pokazano je da vreme nagrizanja intaktne gleđi mlečnih zuba može biti skraćeno na samo 15 sekundi sa zadovoljavajućim rezultatima (147, 156). Utvrđeno je i da nagrizanje intaktne gleđi mlečne denticije u trajanju od 30 i 60 sekundi pruža istovetne rezultate (157).

Na dentinu obe denticije primenom kiseline dolazi do uklanjanja razmaznog sloja, otvaraju se dentinski kanalići a kolagena vlakna stvaraju mrežu koja zajedno sa monomerima adhezivnog sistema čini hibridni sloj. Takođe, dolazi i do pojave produžetaka smole koje formira adheziv prodiranjem u dentinske kanaliće što je prvi put opisano od strane Nakabayashi-a i saradnika (19, 138). Za razliku od razmaznog sloja na gleđi, sastav i način tretiranja razmaznog sloja na dentinu je dobro ispitana. Početna istraživanja razmaznog sloja na dentinu su vršena u vreme kada je primena kiseline na dentinu smatrana greškom. Strategije očuvanja razmaznog sloja na dentinu bile su zasnovane na bojazni od njegove preterane propustljivosti čak i nakon tretiranja kiselinama niskih koncentracija (158-160). Zabrinjavajući podatak je bilo i prodiranje bakterija u dentinske kanaliće koje je posledično dovodilo do infekcije pulpe (161). Naime, razmazni sloj na dentinu se sastoji od globularnih formacija prečnika 0.05 do 0.1 mm razdvojenih kanalima vode (110, 162, 163). Smatra se da su pomenuti delovi fragmenti apatita spojeni denaturisanim ostacima kolagena. Zbog većeg procenta organskog dela moguće je delimično zarobljavanje preostalih kristala u kolagenu ukoliko nagrizanje nije potpuno (164).

Primena adhezivnih sistema sa potpunim nagrizanjem na dentinu se smatra tehnički osetljivom u svakodnevnoj kliničkoj praksi. Osnovni problem primene pomenutih sistema predstavlja nivo vlažnosti dentina pre primene samog adheziva (39, 40). Presušivanje dentina dovodi do kolapsa kolagenih vlakana i samim tim do nemogućnosti prodiranja monomera smole (6, 165). Aplikacija ovih adheziva se može odvijati na dva načina koja su u literaturi opisana kao „wet bonding“ i „dry bonding“.

„Wet bonding“ tehnika je opisana početkom devedesetih godina i zasniva se na principu nepotpunog sušenja dentina zato što je voda neophodna kao potpora mreži kolagenih vlakana (166, 167). Zahvaljujući acetonu koji ovi adhezivni sistemi koriste kao rastvarač, dolazi do zamene vode i monomera smole u mreži kolagenih vlakana. Raspršivanjem dolazi do isparavanja rastvarača i vode dok monomeri smole ostaju umreženi sa kolagenim vlknima. Ukoliko na dentinu ostane previše vode rastvarač neće u potpunosti delovati jer će biti razblažen što posledično dovodi do nemogućnosti difuzije smole (6).

„Dry bonding“ tehnika se koristi kod adhezivnih sistema koji sadrže alkohol ili vodu kao rastvarač. Primenom ove tehnike neophodno je blago sušenje dentina jer se smatra da pomenuti adhezivni sistemi dovode do rehidratacije i ekspanzije kolagenih vlakana (6).

Za razliku od adhezivnih sistema sa nagrizanjem ortofosfornom kiselinom samonagrizući adhezivi, naročito oni blage i srednje kiselosti, nisu u mogućnosti da postignu odgovarajući šablon nagrizanja na površini gleđi. Ipak, ostvaruju sličan mehanizam

retencije putem nanoretencije delimično rastvorenih kristala apatita (168). Bez obzira na jačinu veze koju ostvaruju sa zubnim tkivima samonagrizajući adhezivni sistemi su interesantni sa stanovišta hemijske strukture materijala, pružanja vlažnosti i mogućnosti vezivanja za gleđ i dentin (57, 169). Savremeni samonagrizajući adhezivni sistemi se nalaze u jednoj boci što znači da sadrže prajmer i adheziv pomešane. Hemijska struktura ovih adhezivnih sistema je komplikovljija a primena manje zahtevna u odnosu na starije „generacije”.

Samonagrizajući adhezivni sistemi su sve više zastupljeni u svakodnevnoj kliničkoj praksi i zahvaljujući konstantnim tehnološkim unapređenjima dobijaju sve više pristalica. Kao što je već pomenuto, problem samonagrizajućih adheziva predstavlja njihova kiselost te slabija mogućnost stvaranja mikroprostora i retencione površine na gleđi a naročito ako je u pitanju intaktna gleđ. Adhezivni sistemi sa potpunim nagrizanjem su još uvek materijal izbora kada se govori o zalivanju fisura ili fiksiranju ortodontskih bravica (170-173), mada samonagrizajući adhezivni sistemi dobijaju na značaju u ortodontskom tretmanu zbog manje mogućnosti oštećenja gleđi prilikom uklanjanja bravica (174).

Mogućnost vezivanja samonagrizajućih adhezivnih sistema za gleđ je u direktnoj vezi sa njihovom „agresivnosti“ tj. kiselosti. Agresivniji sistemi su u mogućnosti da rastvore površinski sloj gleđi i naprave mikroprostore dok manje agresivni uključuju površinski ili razmazni sloj u hibridni sloj čija debljina iznosi samo  $1\text{--}2\mu\text{m}$  (138). Na mogućnost vezivanja za intaktnu gleđ najviše utiče kiselost samonagrizajućih adhezivnih sistema tj. njihova mogućnost rastvaranja, uklanjanja i prodiranja kroz aprizmatični sloj gleđi (50, 168). Iako se problem vezivanja ovih adhezivnih sistema za gleđ može zaobići zakošavanjem ivica kaviteta, čime se uklanja sloj aprizmatične gleđi, takvo rešenje nije uvek moguće jer je za lepljenje bravica u ortodonciji i zalivanje fisura i jamica u preventivnoj stomatologiji neophodna intaktna gleđ (170, 175-179). Imajući u vidu da su rezultati istraživanja o vezi samonagrizajućih adhezivnih sistema sa gleđi kontradiktorni, često se preporučuje nagrizanje ortofosfornom kiselinom pre aplikacije adheziva (72, 120).

Samonagrizajući adhezivni sistemi na dentinu mogu uklanjati razmazni sloj ili ga pak uključivati u novonastali hibridni sloj, u zavisnosti od svoje kiselosti, slično mehanizmu delovanja na gleđ. Jedna od prednosti ovih sistema je umanjena mogućnost pojave postoperativne preosetljivosti zahvaljujući jednostavnosti kliničke procedure primene i odsustvu nagrizanja kiselinom tj. odsustva mogućnosti greške od strane operatera (19, 180).

## **5.2. Diskusija odnosa adhezivnih sistema sa gleđi i dentinom mlečne i stalne denticije**

Morfologija spoja adhezivnih sistema sa čvrstim zubnim tkivima predstavlja važan segment laboratorijskih istraživanja u smislu objašnjenja dobijenih rezultata i same vizualizacije nečega što je golin okom nevidljivo. Čvrsta zubna tkiva su biološki materijal koji predstavlja spoj organskog i neorganskog dela u različitim procentima. Sa druge strane, kompozitne smole i adhezivni sistemi koji su veštačke substance takođe imaju svoje specifičnosti u udelu organskog i neorganskog dela. Spoj čvrstih zubnih tkiva i stomatoloških materijala je moguće posmatrati različitim tehnikama mikroskopije i obzirom na specifičnosti koje poseduju neophodna je odovarajuća priprema uzoraka kako bi se postigao zadovoljavajući efekat (181, 182).

Skening elektron mikroskopija (SEM) predstavlja široko zastupljenu metodu posmatranja materijala kako biološkog tako i veštačkog porekla (183). Zbog samog načina slikanja, neophodno je da uzorci budu odgovarajuće veličine, čvrstoće, čistoće, dovoljno suvi i u slučaju stomatoloških materijala napareni zlatom. U ovom delu istraživanja uzorci su nakon adhezivne procedure polirani silikon karbidnim papirom različite finoće, ispirani, tretirani ortofosfornom kiselinom i potapani u rastvor natrijum hipohlorita kako bi se uklonio organski sadržaj i omogućilo posmatranje odnosa adhezivnih sistema sa tvrdim zubnim tkivima. Ovakva procedura priprema uzoraka je dala dobre rezultate u smislu kvaliteta i čistoće pripremljenih uzoraka te i kvaliteta dobijenih slika što je potvrđeno i u literaturi (184).

Ukoliko se posmatraju SEM fotografije na gleđi mlečnih i stalnih zuba, može se primetiti da su rezultati istovetni. Svi adhezivni sistemi se vezuju za gleđ kao prirodni čvrst substrat mikromehaničkom retencijom. Kao što je već ranije spomenuto, u prvim istraživanjima adhezivnih sistema razmazni sloj na gleđi je bio zanemarivan zbog toga što se težilo rešavanju problema jačine veze na dentinu kao komplikovanijem substratu. Savremeni adhezivni sistemi sa nagrizanjem se koriste sa ortofosfornom kiselinom. Pomenuta kiselina, bez obzira na procenat u kojem se koristi predstavlja način tretiranja površine gleđi pri kome se razmazni sloj uklanja u potpunosti, a istovremeno se uklanja i aprizmatični sloj u manjoj ili većoj meri te se stvaraju mikroprostori dovoljne veličine za prodor adhezivnih sredstava i ostvarivanje njihove veze (138, 152, 153). Posmatranjem SEM slika sistema sa potpunim nagrizanjem uočava se adhezivni sloj podjednake debljine na svim uzorcima kako mlečnih tako i stalnih zuba. Na slikama 7-32 su vidljive karakteristike građe gleđi u smislu gleđnih prizmi i njihov pravac kretanja. Nije moguće uočiti razlike koje dovode do različitih vrednosti jačine veze u poređenju različitih materijala. Kod SEM slika samonagrizućih adhezivnih

sistema se uočava slično. Svi samonagrizajući adhezivni sistemi imaju sličan odnos sa gleđi mlečnih i stalnih zuba. Na SEM slikama se uočava karakteristična građa gleđi i adhezivni sloj koji je uniforman. Ipak, ukoliko se porede slike samonagrizajućih adhezivnih sistema sa i bez nagrizanja kiselinom uočavaju se određene razlike. Na svim SEM slikama gde je korišćena kiselina, na adhezivnom spoju može se videti struktura sličnija sistemima sa potpunim nagizanjem. Ovakva razlika se može objasniti delovanjem kiseline na gleđ tj. rastvaranjem površinskog sloja i dubljim mikroprostorima koje kiselina stvara (154). Samim tim na SEM slikama samonagrizajućih adheziva gde je korišćena kiselina se uočava dublji prođor adhezivnih sistema u odnosu na uzorce gde je korišćen adhezivni sistem bez nagrizanja kiselinom. Ipak, na osnovu SEM snimaka nije moguće uočiti razliku između sistema gde je ostvarena jačina veze postigla i statistički značajnu razliku.

Dentin predstavlja potpuno drugačiji substrat u odnosu na gleđ. Kao što je već navedeno, razlika u strukturi mlečnih i stalnih zuba postoji i smatra se da može donekle uticati na jačinu veze. Posmatranjem SEM snimaka odnosa adhezivnih sistema sa potpunim nagrizanjem uočava se razlika u dentinu mlečnih i stalnih zuba. Dentin mlečnih zuba pokazuje nepravilniju strukturu dentinskih tubula i samim tim je prođor adhezivnih sistema manji tj. produžeci smole su kraći i sa manje lateralnih produžetaka u poređenju sa dentinom stalnih zuba. Na SEM snimcima na dentinu mlečnih zuba adhezivnog sistema Single Bonding se ne uočavaju produžeci smole dok se na dentinu stalnih zuba istog sistema uočava manji broj produžetaka smole u poređenju sa drugim ispitivanim adhezivnim sistemima sa potpunim nagrizanjem. Ovakav rezultat se može objasniti sastavom adhezivnog sistema Single Bonding. Prema podacima proizvođača adhezivnog sistema (DMP), Single Bonding ne sadrži rastvarač. Kao što je ranije pomenuto rastvarači su potrebni u adhezivnim sistemima kako bi poboljšali difuziju monomera u demineralizovani dentin nakon čega moraju biti uklonjeni kako ne bi ometali polimerizaciju (13, 17). Obzirom na ulogu rastvarača u adhezivnim sistemima i njegov nedostatak u pomenutom adhezivnom sistemu, može se spekulisati da je upravo to razlog manjeg prodora tj. manjeg broja ili nedostatka produžetaka smole. Ipak, iako su produžeci smole kraći ili pak nedostaju snaga veze Single Bonding adhezivnog sistema je dospjela vrednosti koje se statistički značajno ne razlikuju u odnosu na druge ispitivane sisteme sa potpunim nagrizanjem. Ovakvi rezultati se mogu objasniti podacima iz literature koji govore da dubina nagrizanja površine substrata i dužina produžetaka smole ne utiču značajno na jačinu veze (118, 122).

Samonagrizajući adhezivni sistemi su na dentinu pokazali raznolikost u ovom delu istraživanja. AdheSE Universal, Single Bond Universal i Evetric Bond su ostvarili vezu sa

dentinom obe denticije putem hibridizacije razmaznog sloja i manjeg broja nepravilno raspoređenih i kratkih produžetaka smole. Naime, na svim snimljenim uzorcima, produžeci smole su malobrojni, dugački oko  $20\text{ }\mu\text{m}$ , i karakteriše ih prisustvo manjeg broja kratkih lateralnih produžetaka smole. Ipak, sličnost SEM slika pomenutih adheziva je u saglasnosti sa postignutim vrednostima jačine veze u ovom istraživanju. Obzirom na kiselost tj. pH vrednost pomenutih dhezivnih sistema koja je 2.5 do 3 ovakvi rezultati nisu iznenadujući. Sa druge strane, analizom SEM snimaka adhezivnih sistema OptiBond XTR i Opti Bond All-In-One primećuje se veliki broj produžetaka smole kako centralnih tako i lateralnih. Produžeci smole su dužine čak i preko  $50\mu\text{m}$  kod oba pomenuta adhezivna sistema. Adhezivni slojevi oba sistema su uniformni, bez prekida i jednake debljine. Kod adhezivnog sistema OptiBond XTR je ovakav rezultat potpuno u saglasnosti sa postignutim vrednostima jačine veze u ovom istraživanju. Obzirom da je pH vrednost ovog adhezivnog sistema 2.4 i da se spušta na 1.6 nakon isparavanja rastvarača, može se spekulisati da ovaj sistem ima delovanje na gleđi i dentinu slično sistemima sa potpunim nagrizanjem te shodno tome i odgovarajuće prodiranje tj. kondicioniranje površinskog sloja oba substrata. Opti Bond All-In-One je samonagrizajući adhezivni sistem koji je u ovom istraživanju postigao najniže vrednosti jačine veze na gleđi i dentinu, mlečnih i stalnih zuba. Pomenuti sistem je blage kiselosti sa pH vrednosti 2.5. Analizom SEM snimaka ovog adhezivnog sistema uočava se veliki broj produžetaka smole na dentinu mlečnih zuba dok se na dentinu stalnih zuba uočava potpuno odsustvo istih. Ovakav rezultat bi se mogao objasniti većom širinom dentiskih kanalića mlečnih zuba te lakšim prodiranjem smole. Sa druge strane, potpuno odsustvo produžetaka smole na dentinu stalnih zuba, iako dokazano ne utiču na jačinu veze (118, 122), je začuđujuće obzirom na približno iste vrednosti jačine veze i nedostatak statistički značajne razlike u odnosu na mlečnu denticiju. Imajući u vidu niske vrednosti jačine veze a mogućnost prodiranja monomera kroz dentinske kanaliće mlečnih zuba, neophodno je obaviti dodatna istraživanja kako bi se detaljnije objasnila veza između vrednosti jačine veze i odnosa adhezivnih sistema sa zubima mlečne i stalne denticije.

### **5.3. Klinički značaj i primena rezultata istraživanja**

Za restauraciju karijesnih zuba mlečne i stalne denticije stomatolog ima širok izbor stomatoloških materijala za ispune. Pored amalgama, koji je sve manje u upotrebi, mogu se koristiti estetski materijali: kompozitni materijali, kompomeri i glas jonomer cementi. Primena pomenutih materijala nije jednaka u mlečnoj i stalnoj denticiji. Dok je glas jonomer cement, prvenstveno zahvaljujući otpuštanju fluorida, materijal izbora u sanaciji mlečnih zuba, kod stalne denticije preovladavaju kompozitni materijali.

Istraživanja i rezultati ove studije su pokazala da savremeni adhezivni sistemi i kompozitni materijali mogu da se primenjuju u svakodnevnoj stomatološkoj praksi i na mlečnim i na stalnim zubima. Pojednostavljene procedure postavljanja savremenih adhezivnih sistema i kompozitnih materijala pružaju sigurnost tokom rada, brži i lakši rad i umanjenu količinu neprijatnih mirisa i ukusa tokom postavljanja ispuna, što je od izuzetne važnosti za dečju stomatologiju.

Svakako, neophodna su dalja istraživanja ispitivanih adhezivnih sistema zbog dugotrajnosti postignute veze i različitih načina primene u svakodnevnoj stomatološkoj praksi.

## **6. ZAKLJUČAK**

Na osnovu rezultata ovog istraživanja mogu se izvesti sledeći zaključci:

1. Adhezivni sistemi OptiBond Solo Plus (Kerr) i OptiBond FL (Kerr) (sistemi sa potpunim nagrizanjem) su ostvarili jaču snagu veze na gleđi mlečnih zuba u odnosu na gleđ stalnih zuba.
2. Samonagrizući adheziv OptiBond XTR (Kerr) je ostvario više vrednosti jačine veze na dentinu mlečne i stalne denticije u odnosu na druge ispitivane adhezivne sisteme.
3. Samonagrizući adhezivi Opti Bond All-In-One (Kerr) i Evetric Bond (Ivoclar Vivadent) kao i univerzalni adheziv Single Bond Universal (3M ESPE) su ostvarili više vrednosti jačine veze na gleđi stalne denticije uz dodatni korak nagrizanja ortofosfornom kiselinom.
4. OptiBond All-In-One adhezivni sistem (Kerr) je ostvario najslabiju vezu u odnosu na ostale materijale kako na gleđi tako i na dentinu mlečnih i stalnih zuba.
5. Selektivno nagrizanje može poboljšati jačinu veze između ispitivanih adhezivnih sistema i gleđi stalnih zuba.
6. Nagrizanje ortofosfornom kiselinom nije uticalo na jačinu veze sa gleđi mlečnih zuba ni kod jednog ispitivanog samonagrizućeg niti univerzalnog adhezivnog sistema.

## 7. LITERATURA:

1. Markovic D, Lukic, V., Aleksic, Z., Colak, I., Danilovic, V., Djordjevic Manic, S., Djukanovic, D., Gajic, I., Ivanovic, M., Jankovic, Lj., Jankovic, S., Konstantinovic, V., Kontic, M., Krstic, M., Krsljak, E., Markovic, A., Markovic, D., Milenkovic, A. Stomatoloski Leksikon. Beograd: Kuca Stampe; 2009. 723 p.
2. Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2010;26(2):e11-6.
3. Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K, et al. Bonding of universal adhesives to dentine--Old wine in new bottles? *Journal of dentistry*. 2015;43(5):525-36.
4. Ikemura K, Endo T. A review of our development of dental adhesives--effects of radical polymerization initiators and adhesive monomers on adhesion. *Dental materials journal*. 2010;29(2):109-21.
5. Beloica D, Vulovic, M., Gajic, M., Stevanovic, R., Ivanovic, M., Carevic, M., Vulicevic, Z., Markovic, D. Decja stomatologija: Draslar partner Beograd; 2005.
6. Radovic I. Ispitivanje jacine veze, mikropropustljivosti i odnosa samonagrizajucih adhezivnih sredstava sa gledji i dentinom [Magistarski rad]. Beograd: Beograd; 2005.
7. Hagger O. New catalyst for polymerization of ethylene at room temperature. *Helvetica chimica acta*. 1948;31(6):1624-30.
8. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of dental research*. 1955;34(6):849-53.
9. Retief DH. A comparative study of three etching solutions: effects on enamel surface and adhesive-enamel interface. *Journal of oral rehabilitation*. 1975;2(1):75-96.
10. Soderholm K-JM. Dental Adhesives....How it All Started and Later Evolved. *J Adhes Dent*. 2007;9(2):227-30.
11. Miletic V, Santini, A. Dentalni adhezivni materijali-konverzija i izluzivanje monomera. In: Stamenkovic D, editor. Stomatoloski materijali, knjiga 2. Beograd: Kuca stampe; 2012. p. 241-62.
12. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*. 2007;28(26):3757-85.
13. Silva e Souza MH, Jr., Carneiro KG, Lobato MF, Silva e Souza Pde A, de Goes MF. Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use. *Journal of applied oral science : revista FOB*. 2010;18(3):207-14.
14. Nakabayashi N, Saimi Y. Bonding to intact dentin. *Journal of dental research*. 1996;75(9):1706-15.
15. Hitmi L, Bouter D, Degrange M. Influence of drying and HEMA treatment on dentin wettability. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2002;18(7):503-11.
16. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative dentistry*. 2003;28(3):215-35.
17. Miyazaki M, Tsujimoto A, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Platt JA. Important compositional characteristics in the clinical use of adhesive systems. *Journal of oral science*. 2014;56(1):1-9.
18. Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2005;21(10):895-910.

19. Vulicevic ZR. Kompoziti u stomatologiji. In: Stamenkovic D, editor. Stomatoloski materijali, knjiga 1. Beograd: Kuca stampe; 2009. p. 291-316.
20. Loguercio AD, Loeblein F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E, Reis A. Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse systems and on bond strengths to dry and wet dentin. *The journal of adhesive dentistry*. 2009;11(3):213-9.
21. Mount GJ. Minimal intervention dentistry: rationale of cavity design. *Operative dentistry*. 2003;28(1):92-9.
22. Radovic I, Beloica, M. Materijali u minimalno invazivnoj stomatologiji. In: Kobaslija S, editor. Minimalna invazivna terapija. Sarajevo: Dobra knjiga; 2012. p. 379-410.
23. Radovic I, Krstanovic, G. Kompozitni adhezivi. In: Vulicevic Z, editor. Klinicka primena materijala u decjoj stomatologiji. Beograd: Beobook; 2010. p. 117-33.
24. Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: from first to sixth generation. *Journal of the American Dental Association*. 2000;131 Suppl:20S-5S.
25. Van Meerbeek B, Perdigao J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *Journal of dentistry*. 1998;26(1):1-20.
26. Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent*. 1999;27(7):523-30.
27. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *Journal of dental research*. 2005;84(2):118-32.
28. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(1):90-101.
29. Torii Y, Itou K, Hikasa R, Iwata S, Nishitani Y. Enamel tensile bond strength and morphology of resin-enamel interface created by acid etching system with or without moisture and self-etching priming system. *Journal of oral rehabilitation*. 2002;29(6):528-33.
30. Nakajima M, Sano H, Urabe I, Tagami J, Pashley DH. Bond strengths of single-bottle dentin adhesives to caries-affected dentin. *Operative dentistry*. 2000;25(1):2-10.
31. Lopes GC, Vieira LC, Monteiro S, Jr., Caldeira de Andrade MA, Baratieri CM. Dentin bonding: effect of degree of mineralization and acid etching time. *Operative dentistry*. 2003;28(4):429-39.
32. Ogata M, Okuda M, Nakajima M, Pereira PN, Sano H, Tagami J. Influence of the direction of tubules on bond strength to dentin. *Operative dentistry*. 2001;26(1):27-35.
33. Yoshikawa T, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Pashley DH. Effects of dentin depth and cavity configuration on bond strength. *Journal of dental research*. 1999;78(4):898-905.
34. Breschi L, Perdigao J, Gobbi P, Mazzotti G, Falconi M, Lopes M. Immunocytochemical identification of type I collagen in acid-etched dentin. *Journal of biomedical materials research Part A*. 2003;66(4):764-9.
35. Guo X, Spencer P, Wang Y, Ye Q, Yao X, Williams K. Effects of a solubility enhancer on penetration of hydrophobic component in model adhesives into wet demineralized dentin. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2007;23(12):1473-81.
36. Perdigao J, Lopes M. Dentin bonding--questions for the new millennium. *The journal of adhesive dentistry*. 1999;1(3):191-209.
37. Ferrari M, Tay FR. Technique sensitivity in bonding to vital, acid-etched dentin. *Operative dentistry*. 2003;28(1):3-8.
38. Papadogiannis D, Lakes RS, Papadogiannis Y, Tolidis K. Mechanical viscoelastic behavior of dental adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2013;29(6):693-701.

39. Munksgaard EC. Wet or dry, normal or deproteinized dentin surfaces as substrate for dentin adhesives. *Acta odontologica Scandinavica*. 2002;60(1):60-4.
40. Van Landuyt KL, Mine A, De Munck J, Coutinho E, Peumans M, Jaecques S, et al. Technique sensitivity of water-free one-step adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(9):1258-67.
41. Sadek FT, Pashley DH, Nishitani Y, Carrilho MR, Donnelly A, Ferrari M, et al. Application of hydrophobic resin adhesives to acid-etched dentin with an alternative wet bonding technique. *Journal of biomedical materials research Part A*. 2008;84(1):19-29.
42. Li F, Liu XY, Zhang L, Kang JJ, Chen JH. Ethanol-wet bonding technique may enhance the bonding performance of contemporary etch-and-rinse dental adhesives. *The journal of adhesive dentistry*. 2012;14(2):113-20.
43. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011;27(1):17-28.
44. Ermis RB, De Munck J, Cardoso MV, Coutinho E, Van Landuyt KL, Poitevin A, et al. Bonding to ground versus unground enamel in fluorosed teeth. *Dent Mater*. 2007;23(10):1250-5.
45. Nishitani Y, Yoshiyama M, Donnelly AM, Agee KA, Sword J, Tay FR, et al. Effects of resin hydrophilicity on dentin bond strength. *Journal of dental research*. 2006;85(11):1016-21.
46. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagaran A. Single-step adhesives are permeable membranes. *Journal of dentistry*. 2002;30(7-8):371-82.
47. Tay FR, Pashley DH. Water treeing--a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *American journal of dentistry*. 2003;16(1):6-12.
48. Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *Journal*. 2003;69(11):726-31.
49. Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. *Oper Dent*. 1999;24(3):172-80.
50. Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater*. 2001;17(5):430-44.
51. Perdigao J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *J Esthet Restor Dent*. 2003;15(1):32-41; discussion 2.
52. Gwinnett AJ. Human prismless enamel and its influence on sealant penetration. *Arch Oral Biol*. 1973;18(3):441-4.
53. Meola MT, Papaccio G. A scanning electron microscope study of the effect of etching time and mechanical pre-treatment on the pattern of acid etching on the enamel of primary teeth. *International dental journal*. 1986;36(1):49-53.
54. Nathanson D, Bodkin JL, Evans JR. SEM of etching patterns in surface and subsurface enamel. *J Pedod*. 1982;7(1):11-7.
55. Ripa LW, Gwinnett AJ, Buonocore MG. The "prismless" outer layer of deciduous and permanent enamel. *Arch Oral Biol*. 1966;11(1):41-8.
56. Manuja N, Nagpal R, Pandit IK. Dental adhesion: mechanism, techniques and durability. *The Journal of clinical pediatric dentistry*. 2012;36(3):223-34.
57. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2001;17(4):296-308.
58. Kenshima S, Francci C, Reis A, Loguercio AD, Filho LE. Conditioning effect on dentin, resin tags and hybrid layer of different acidity self-etch adhesives applied to thick and thin smear layer. *Journal of dentistry*. 2006;34(10):775-83.

59. Van Landuyt KL, Snaauwaert J, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(10):1412-9.
60. Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T, et al. Bonding effectiveness of two contemporary self-etch adhesives to enamel and dentin. *Journal of dentistry*. 2009;37(11):872-83.
61. Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *Journal of dentistry*. 2014;42(7):800-7.
62. Munoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez I, Szesz AL, Reis A, Loguercio AD, et al. Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. *Journal of dentistry*. 2014;42(5):595-602.
63. Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, et al. Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *Journal of dentistry*. 2012;40(6):475-84.
64. de Goes MF, Shinohara MS, Freitas MS. Performance of a new one-step multi-mode adhesive on etched vs non-etched enamel on bond strength and interfacial morphology. *The journal of adhesive dentistry*. 2014;16(3):243-50.
65. Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosa M, Cadenaro M, et al. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *Journal of dentistry*. 2014;42(5):603-12.
66. Goracci C, Rengo C, Eusepi L, Juloski J, Vichi A, Ferrari M. Influence of selective enamel etching on the bonding effectiveness of a new "all-in-one" adhesive. *American journal of dentistry*. 2013;26(2):99-104.
67. Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, et al. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Australian dental journal*. 2011;56 Suppl 1:31-44.
68. Van Meerbeek B, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Peumans M. A randomized controlled study evaluating the effectiveness of a two-step self-etch adhesive with and without selective phosphoric-acid etching of enamel. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2005;21(4):375-83.
69. Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *Journal of dentistry*. 2015;43(7):765-76.
70. Perdigao J, Kose C, Mena-Serrano AP, De Paula EA, Tay LY, Reis A, et al. A new universal simplified adhesive: 18-month clinical evaluation. *Operative dentistry*. 2014;39(2):113-27.
71. Peumans M, De Munck J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Eight-year clinical evaluation of a 2-step self-etch adhesive with and without selective enamel etching. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2010;26(12):1176-84.
72. Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. *Journal of dentistry*. 2006;34(1):77-85.
73. Rotta M, Bresciani P, Moura SK, Grande RH, Hilgert LA, Baratieri LN, et al. Effects of phosphoric acid pretreatment and substitution of bonding resin on bonding effectiveness of self-etching systems to enamel. *The journal of adhesive dentistry*. 2007;9(6):537-45.
74. Watanabe T, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S, et al. Effect of prior acid etching on bonding durability of single-step adhesives. *Operative dentistry*. 2008;33(4):426-33.

75. Erickson RL, Barkmeier WW, Kimmes NS. Bond strength of self-etch adhesives to pre-etched enamel. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.* 2009;25(10):1187-94.
76. Perdigao J, Monteiro P, Gomes G. In vitro enamel sealing of self-etch adhesives. *Quintessence international.* 2009;40(3):225-33.
77. Ermis RB, Temel UB, Cellik EU, Kam O. Clinical performance of a two-step self-etch adhesive with additional enamel etching in Class III cavities. *Operative dentistry.* 2010;35(2):147-55.
78. Brackett MG, Brackett WW, Haisch LD. Microleakage of Class V resin composites placed using self-etching resins: effect of prior enamel etching. *Quintessence international.* 2006;37(2):109-13.
79. Frankenberger R, Lohbauer U, Roggendorf MJ, Naumann M, Taschner M. Selective enamel etching reconsidered: better than etch-and-rinse and self-etch? *The journal of adhesive dentistry.* 2008;10(5):339-44.
80. Khosravi K, Ataei E, Mousavi M, Khodaeian N. Effect of phosphoric acid etching of enamel margins on the microleakage of a simplified all-in-one and a self-etch adhesive system. *Operative dentistry.* 2009;34(5):531-6.
81. Peumans M, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Five-year clinical effectiveness of a two-step self-etching adhesive. *The journal of adhesive dentistry.* 2007;9(1):7-10.
82. Sumikawa DA, Marshall GW, Gee L, Marshall SJ. Microstructure of primary tooth dentin. *Pediatric dentistry.* 1999;21(7):439-44.
83. Angker L, Nockolds C, Swain MV, Kilpatrick N. Quantitative analysis of the mineral content of sound and carious primary dentine using BSE imaging. *Archives of oral biology.* 2004;49(2):99-107.
84. Lenzi TL, Soares FZ, Rocha Rde O. Degradation of resin-dentin bonds of etch-and-rinse adhesive system to primary and permanent teeth. *Brazilian oral research.* 2012;26(6):511-5.
85. Ricci HA, Sanabe ME, Costa CA, Hebling J. Bond strength of two-step etch-and-rinse adhesive systems to the dentin of primary and permanent teeth. *The Journal of clinical pediatric dentistry.* 2010;35(2):163-8.
86. Yaseen SM, Subba Reddy VV. Comparative evaluation of shear bond strength of two self-etching adhesives (sixth and seventh generation) on dentin of primary and permanent teeth: an in vitro study. *Journal of the Indian Society of Pedodontics and Preventive Dentistry.* 2009;27(1):33-8.
87. da Costa CC, Oshima HM, Costa Filho LC. Evaluation of shear bond strength and interfacial micromorphology of direct restorations in primary and permanent teeth--an in vitro study. *General dentistry.* 2008;56(1):85-93; quiz 4-5, 111-2.
88. Peutzfeldt A, Nielsen LA. Bond strength of a sealant to primary and permanent enamel: phosphoric acid versus self-etching adhesive. *Pediatric dentistry.* 2004;26(3):240-4.
89. Gajic M. Anatomohistoloske karakteristike zuba. In: Beloica D, editor. *Decja stomatologija, drugo izmenjeno i dopunjeno izdanje.* Beograd: Draslar partner; 2005. p. 74-94.
90. Roeder L, Pereira PN, Yamamoto T, Ilie N, Armstrong S, Ferracane J. Spotlight on bond strength testing--unraveling the complexities. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.* 2011;27(12):1197-203.
91. Placido E, Meira JB, Lima RG, Muench A, de Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater.* 2007;23(9):1086-92.

92. DeHoff PH, Anusavice KJ, Wang Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.* 1995;11(2):126-31.
93. Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *Journal of dental research.* 1991;70(5):889-93.
94. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.* 1995;11(2):117-25.
95. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994;10(4):236-40.
96. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent.* 1999;1(4):299-309.
97. Armstrong S, Breschi L, Ozcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (muTBS) approach. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.* 2017;33(2):133-43.
98. Beloica M, Goracci C, Carvalho CA, Radovic I, Margvelashvili M, Vulicevic ZR, et al. Microtensile vs microshear bond strength of all-in-one adhesives to unground enamel. *The journal of adhesive dentistry.* 2010;12(6):427-33.
99. Carvalho RM, Santiago SL, Fernandes CA, Suh BI, Pashley DH. Effects of prism orientation on tensile strength of enamel. *The journal of adhesive dentistry.* 2000;2(4):251-7.
100. Cardoso PE, Sadek FT, Goracci C, Ferrari M. Adhesion testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements. *The journal of adhesive dentistry.* 2002;4(4):291-7.
101. Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *European journal of oral sciences.* 2002;110(5):385-91.
102. Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.* 2004;20(7):643-54.
103. Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, Ferrari M, Cardoso PE. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.* 2005;21(12):1144-9.
104. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.* 2010;26(2):e50-62.
105. Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *Journal of dental research.* 1999;78(2):699-705.
106. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, et al. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *American journal of dentistry.* 2003;16(6):414-20.
107. Oliveira SS, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW, Jr. The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs. a total-etch system. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.* 2003;19(8):758-67.

108. Roulet JF. Statistics: nuisance - tool - necessity? *The journal of adhesive dentistry*. 2013;15(3):203.
109. Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N. Bonding to dentin with a self-etching primer: the effect of smear layers. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2001;17(2):122-6.
110. Tay FR, Sano H, Carvalho R, Pashley EL, Pashley DH. An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. *The journal of adhesive dentistry*. 2000;2(2):83-98.
111. Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Nakajima M, Pereira PN, Tagami J. Effects of different burs on dentin bond strengths of self-etching primer bonding systems. *Operative dentistry*. 2001;26(4):375-82.
112. Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Nakajima M, Tagami J. Effect of self-etching primer vs phosphoric acid etchant on bonding to bur-prepared dentin. *Operative dentistry*. 2002;27(5):447-54.
113. Yazici AR, Celik C, Ozgunaltay G, Dayangac B. Bond strength of different adhesive systems to dental hard tissues. *Operative dentistry*. 2007;32(2):166-72.
114. Erickson RL, Barkmeier WW, Latta MA. The role of etching in bonding to enamel: a comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2009;25(11):1459-67.
115. Juloski J, Goracci C, Rengo C, Giovannetti A, Vichi A, Vulicevic ZR, et al. Enamel and dentin bond strength of new simplified adhesive materials with and without preliminary phosphoric acid-etching. *American journal of dentistry*. 2012;25(4):239-43.
116. Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, et al. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. *American journal of dentistry*. 2003;16(5):329-34.
117. Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Microtensile bond strength of self-etching adhesives to enamel and dentin. *The journal of adhesive dentistry*. 2004;6(4):313-8.
118. Brackett WW, Tay FR, Looney SW, Ito S, Haisch LD, Pashley DH. Microtensile dentin and enamel bond strengths of recent self-etching resins. *Operative dentistry*. 2008;33(1):89-95.
119. Luhrs AK, Guhr S, Schilke R, Borchers L, Geurtsen W, Gunay H. Shear bond strength of self-etch adhesives to enamel with additional phosphoric acid etching. *Operative dentistry*. 2008;33(2):155-62.
120. Taschner M, Nato F, Mazzoni A, Frankenberger R, Kramer N, Di Lenarda R, et al. Role of preliminary etching for one-step self-etch adhesives. *European journal of oral sciences*. 2010;118(5):517-24.
121. Sensi LG, Lopes GC, Monteiro S, Jr., Baratieri LN, Vieira LC. Dentin bond strength of self-etching primers/adhesives. *Operative dentistry*. 2005;30(1):63-8.
122. Shinchi MJ, Soma K, Nakabayashi N. The effect of phosphoric acid concentration on resin tag length and bond strength of a photo-cured resin to acid-etched enamel. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2000;16(5):324-9.
123. Itoh S, Nakajima M, Hosaka K, Okuma M, Takahashi M, Shinoda Y, et al. Dentin bond durability and water sorption/solubility of one-step self-etch adhesives. *Dental materials journal*. 2010;29(5):623-30.
124. Walter R, Swift EJ, Jr., Nagaoka H, Chung Y, Bartholomew W, Braswell KM, et al. Two-year bond strengths of "all-in-one" adhesives to dentine. *Journal of dentistry*. 2012;40(7):549-55.

125. Eckert GJ, Platt JA. A statistical evaluation of microtensile bond strength methodology for dental adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2007;23(3):385-91.
126. Perdigao J, Swift EJ, Jr. Universal Adhesives. *Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al]*. 2015;27(6):331-4.
127. Loguercio AD, Munoz MA, Luque-Martinez I, Hass V, Reis A, Perdigao J. Does active application of universal adhesives to enamel in self-etch mode improve their performance? *Journal of dentistry*. 2015;43(9):1060-70.
128. Fukégawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *Journal of dental research*. 2006;85(10):941-4.
129. Perdigao J, Sezinando A, Monteiro PC. Effect of substrate age and adhesive composition on dentin bonding. *Operative dentistry*. 2013;38(3):267-74.
130. Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Torii Y, Osaka A, et al. Self-etch monomer-calcium salt deposition on dentin. *Journal of dental research*. 2011;90(5):602-6.
131. Hosoya Y, Tominaga A. A comparison of five adhesive systems to primary enamel. *Pediatric dentistry*. 1999;21(1):46-52.
132. Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Operative dentistry*. 2002;27(4):403-9.
133. Schmitt DC, Lee J. Microleakage of adhesive resin systems in the primary and permanent dentitions. *Pediatric dentistry*. 2002;24(6):587-93.
134. Soares FZ, Rocha Rde O, Raggio DP, Sadek FT, Cardoso PE. Microtensile bond strength of different adhesive systems to primary and permanent dentin. *Pediatric dentistry*. 2005;27(6):457-62.
135. Uekusa S, Yamaguchi K, Miyazaki M, Tsubota K, Kurokawa H, Hosoya Y. Bonding efficacy of single-step self-etch systems to sound primary and permanent tooth dentin. *Operative dentistry*. 2006;31(5):569-76.
136. Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fejerskov O. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. *Caries research*. 1975;9(5):373-87.
137. Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P, et al. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dental materials journal*. 2005;24(1):1-13.
138. Tay FR, Pashley, D.H. Etched Enamel Structure and Topography: Interface with Materials. In: Eliades G, editor. *Dental Hard Tissues and Bonding*. Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2005. p. 3-33.
139. Simonsen RJ. Fissure sealants: deciduous molar retention of colored sealant with variable etch time. *Quintessence international, dental digest*. 1978;9(5):71-7.
140. Eidelman E, Shapira J, Houpt M. The retention of fissure sealants using twenty-second etching time. *ASDC journal of dentistry for children*. 1984;51(6):422-4.
141. Johnston CD, Burden DJ, Hussey DL, Mitchell CA. Bonding to molars--the effect of etch time (an in vitro study). *European journal of orthodontics*. 1998;20(2):195-9.
142. Gardner A, Hobson R. Variations in acid-etch patterns with different acids and etch times. *American journal of orthodontics and dentofacial orthopedics : official publication of the American Association of Orthodontists, its constituent societies, and the American Board of Orthodontics*. 2001;120(1):64-7.

143. Beech DR, Jalaly T. Bonding of polymers to enamel: influence of deposits formed during etching, etching time and period of water immersion. *Journal of dental research*. 1980;59(7):1156-62.
144. Gilpatrick RO, Ross JA, Simonsen RJ. Resin-to-enamel bond strengths with various etching times. *Quintessence international*. 1991;22(1):47-9.
145. Silverstone LM, Hicks MJ, Featherstone MJ. Oral fluid contamination of etched enamel surfaces: an SEM study. *Journal of the American Dental Association*. 1985;110(3):329-32.
146. O'Brien JA, 3rd, Retief DH, Bradley EL, Denys FR. Effects of saliva contamination and phosphoric acid composition on bond strength. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 1987;3(6):296-302.
147. Tandon S, Kumari R, Udupa S. The effect of etch-time on the bond strength of a sealant and on the etch-pattern in primary and permanent enamel: an evaluation. *ASDC journal of dentistry for children*. 1989;56(3):186-90.
148. Eick JD, Wilko RA, Anderson CH, Sorensen SE. Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of the electron microprobe. *Journal of dental research*. 1970;49(6):Suppl:1359-68.
149. Tao L, Pashely DH, Boyd L. Effect of different types of smear layers on dentin and enamel shear bond strengths. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 1988;4(4):208-16.
150. Gwinnett AJ. Smear layer: morphological considerations. *Operative dentistry Supplement*. 1984;3:2-12.
151. Glasspoole EA, Erickson RL, Davidson CL. Effect of surface treatments on the bond strength of glass ionomers to enamel. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2002;18(6):454-62.
152. Bowen RL. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues--solubility of dentinal smear layer in dilute acid buffers. *International dental journal*. 1978;28(2):97-107.
153. Kodaka T, Mori R, Miyakawa M. Sequential observations followed by acid etching on the enamel surfaces of human teeth under scanning electron microscopy at low vacuum. *Microscopy research and technique*. 1993;24(5):429-36.
154. Glasspoole EA, Erickson RL, Davidson CL. Effect of enamel pretreatments on bond strength of compomer. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2001;17(5):402-8.
155. Low T, Lee KW, von Fraunhofer JA. The adaptation of composite materials to etched enamel surfaces. *Journal of oral rehabilitation*. 1978;5(4):349-55.
156. Swift EJ, Jr., Perdigao J, Heymann HO, Ritter AV. Shear bond strengths of one-bottle adhesives to moist enamel. *Journal of esthetic dentistry*. 1999;11(2):103-7.
157. Hosoya Y, Goto G. Effects of cleaning, polishing pretreatments and acid etching times on unground primary enamel. *The Journal of pedodontics*. 1990;14(2):84-92.
158. Pashley DH. Smear layer: overview of structure and function. *Proceedings of the Finnish Dental Society Suomen Hammaslaakariseuran toimituksia*. 1992;88 Suppl 1:215-24.
159. Pashley DH. Smear layer: physiological considerations. *Operative dentistry Supplement*. 1984;3:13-29.
160. Pashley DH, Michelich V, Kehl T. Dentin permeability: effects of smear layer removal. *The Journal of prosthetic dentistry*. 1981;46(5):531-7.
161. Brannstrom M, Nordenvall KJ, Glantz PO. The effect of EDTA-containing surface-active solutions on the morphology of prepared dentin: an in vivo study. *Journal of dental research*. 1980;59(7):1127-31.
162. Pashley DH, Horner JA, Brewer PD. Interactions of conditioners on the dentin surface. *Operative dentistry*. 1992;Suppl 5:137-50.

163. Pashley DH, Tao L, Boyd L, King GE, Horner JA. Scanning electron microscopy of the substructure of smear layers in human dentine. *Archives of oral biology*. 1988;33(4):265-70.
164. Sencer P, Wang Y, Walker MP, Swafford JR. Molecular structure of acid-etched dentin smear layers--*in situ* study. *Journal of dental research*. 2001;80(9):1802-7.
165. Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *Journal of dentistry*. 1997;25(5):355-72.
166. Kanca J, 3rd. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *American journal of dentistry*. 1992;5(4):213-5.
167. Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *American journal of dentistry*. 1992;5(3):127-9.
168. Hannig M, Bock H, Bott B, Hoth-Hannig W. Inter-crystallite nanoretention of self-etching adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy. *European journal of oral sciences*. 2002;110(6):464-70.
169. Pioch T, Staehle HJ, Wurst M, Duschner H, Dorfer C. The nanoleakage phenomenon: influence of moist vs dry bonding. *The journal of adhesive dentistry*. 2002;4(1):23-30.
170. Gillet D, Nancy J, Dupuis V, Dorignac G. Microleakage and penetration depth of three types of materials in fissure sealant: self-etching primer vs etching: an *in vitro* study. *The Journal of clinical pediatric dentistry*. 2002;26(2):175-8.
171. Bishara SE, VonWald L, Laffoon JF, Warren JJ. Effect of a self-etch primer/adhesive on the shear bond strength of orthodontic brackets. *American journal of orthodontics and dentofacial orthopedics : official publication of the American Association of Orthodontists, its constituent societies, and the American Board of Orthodontics*. 2001;119(6):621-4.
172. Korbmacher H, Klocke A, Huck L, Kahl-Nieke B. Enamel conditioning for orthodontic bonding with a single-step bonding agent. *Journal of orofacial orthopedics = Fortschritte der Kieferorthopadie : Organ/official journal Deutsche Gesellschaft fur Kieferorthopadie*. 2002;63(6):463-71.
173. Velo S, Carano A, Carano A. Self-etching vs. traditional bonding systems in orthodontics: an *in vitro* study. *Orthodontics & craniofacial research*. 2002;5(3):166-9.
174. Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley D. Regional bond strengths of self-etching/self-priming adhesive systems. *Journal of dentistry*. 1998;26(7):609-16.
175. Opdam NJ, Roeters JJ, Kuijs R, Burgersdijk RC. Necessity of bevels for box only Class II composite restorations. *The Journal of prosthetic dentistry*. 1998;80(3):274-9.
176. Hoelscher DC, Gregory WA, Linger JB, Pink FE. Effect of light source position and bevel placement on facial margin adaptation of resin-based composite restorations. *American journal of dentistry*. 2000;13(4):171-5.
177. Arnold RW, Combe EC, Warford JH, Jr. Bonding of stainless steel brackets to enamel with a new self-etching primer. *American journal of orthodontics and dentofacial orthopedics : official publication of the American Association of Orthodontists, its constituent societies, and the American Board of Orthodontics*. 2002;122(3):274-6.
178. Yamada R, Hayakawa T, Kasai K. Effect of using self-etching primer for bonding orthodontic brackets. *The Angle orthodontist*. 2002;72(6):558-64.
179. Bishara SE, Oonsombat C, Ajlouni R, Denehy G. The effect of saliva contamination on shear bond strength of orthodontic brackets when using a self-etch primer. *The Angle orthodontist*. 2002;72(6):554-7.
180. Brunton PA, Cowan AJ, Wilson MA, Wilson NH. A three-year evaluation of restorations placed with a smear-layer-mediated dentin bonding agent in non-carious cervical lesions. *The journal of adhesive dentistry*. 1999;1(4):333-41.

181. Das Murtey M, Ramasamy, P. Sample preparations for scanning electron microscopy-life sciences. In: Janecek M, Kral, R., editor. Modern Electron Microscopy in Physical and Life Sciences: In Tech; 2016. p. 161-85.
182. Fischer ER, Hansen BT, Nair V, Hoyt FH, Dorward DW. Scanning electron microscopy. Current protocols in microbiology. 2012;Chapter 2:Unit 2B
183. Mukhopadhyay SM. Sample preparation for microscopic and spectroscopic characterization of solid surfaces and films. In: Mitra S, editor. Sample Preparation Techniques in Analytical Chemistry: John Wiley & Sons, Inc; 2003. p. 377-41.
184. Radovic I, Vulicevic ZR, Garcia-Godoy F. Morphological evaluation of 2- and 1-step self-etching system interfaces with dentin. Operative dentistry. 2006;31(6):710-8.

## **8. BIOGRAFIJA**

dr Miloš Beloica je završio srednju školu u Sjedinjenim Američkim Državama 1999. godine i iste godine upisao Stomatološki fakultet Univerziteta u Beogradu gde je diplomirao 2006. godine sa prosečnom ocenom 8.93.

Pripravnički staž je obavio na Klinikama Stomatološkog fakulteta u Beogradu a 2007. godine je položio stručni ispit.

2007-2008. godine je boravio na Stomatološkom fakultetu Univerziteta u Sieni, Italija, na stručnom i naučnom usavršavanju u okviru programa Doktorskih studija a 2009. godine je odbranio Master tezu u okviru istog programa na temu adhezivnih sistema u stomatologiji.

Od 2008. godine je zaposlen kao klinički lekar na Klinici za dečju i preventivnu stomatologiju, Stomatološki fakultet, Univerzitet u Beogradu, gde je 2012. godine odličnom ocenom završio specijalističke studije iz oblasti preventivne i dečje stomatologije.

Autor je i koautor više stručnih i naučnih radova iz oblasti stomatologije objavljenih u domaćim i stranim časopisima. Koautor je nekoliko poglavlja u domaćim i stranim knjigama iz oblasti stomatologije.

Održao je više predavanja na stučnim i naučnim skupovima u okviru programa kontinuirane edukacije.

Učestvovao je na više domaćih i inostranih kongresa kao autor i koautor naučnih radova.

Zaposlen je na Klinici za dečju i preventivnu stomatologiju kao asistent u nastavi od 2016. godine i student je Doktorskih akademskih studija – Bazična i klinička istraživanja u stomatologiji, Stomatološkog fakulteta u Beogradu od 2013. godine.

**Прилог 1.**

**Изјава о ауторству**

Потписани-а Милош Белоица

број индекса 4014/2013

**Изјављујем**

да је докторска дисертација под насловом

Испитивање јачине везе и односа адхезивних система са млечном и сталном  
дентицијом

результат сопственог истраживачког рада,

- да предложена дисертација у целини ни у деловима није била предложена за добијање било које дипломе према студијским програмима других високошколских установа,
- да су резултати коректно наведени и
- да нисам кршио/ла ауторска права и користио интелектуалну својину других лица.

**Потпис докторанда**

У Београду, \_\_\_\_\_

## **Прилог 2.**

### **Изјава о истоветности штампане и електронске верзије докторског рада**

Име и презиме аутора Милош Белоиша

Број индекса 4014/2013

Студијски програм Базична и клиничка истраживања у стоматологији, Докторске студије

Наслов рада: Испитивање јачине везе и односа адхезивних система са млечном и сталном дентицијом

Ментор Доц. др Ивана Радовић

Потписани/а \_\_\_\_\_

Изјављујем да је штампана верзија мог докторског рада истоветна електронској верзији коју сам предао/ла за објављивање на порталу **Дигиталног репозиторијума Универзитета у Београду**.

Дозвољавам да се објаве моји лични подаци vezani за добијање академског звања доктора наука, као што су име и презиме, година и место рођења и датум одбране рада. Ови лични подаци могу се објавити на мрежним страницама дигиталне библиотеке, у електронском каталогу и у публикацијама Универзитета у Београду.

**Потпис докторанда**

У Београду, \_\_\_\_\_

### **Прилог 3.**

#### **Изјава о коришћењу**

Овлашћујем Универзитетску библиотеку „Светозар Марковић“ да у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду унесе моју докторску дисертацију под насловом:

Испитивање јачине везе и односа адхезивних система са млечном и сталном дентицијом

која је моје ауторско дело.

Дисертацију са свим прилозима предао/ла сам у електронском формату погодном за трајно архивирање.

Моју докторску дисертацију похрањену у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду могу да користе сви који поштују одредбе садржане у одабраном типу лиценце Креативне заједнице (Creative Commons) за коју сам се одлучио/ла.

1. Ауторство
2. Ауторство - некомерцијално
3. Ауторство – некомерцијално – без прераде
4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима
5. Ауторство – без прераде
6. Ауторство – делити под истим условима

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци, кратак опис лиценци дат је на полеђини листа).

#### **Потпис докторанда**

У Београду, \_\_\_\_\_

1. Ауторство - Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце, чак и у комерцијалне сврхе. Ово је најслободнија од свих лиценци.
2. Ауторство – некомерцијално. Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела.
3. Ауторство - некомерцијално – без прераде. Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, без промена, преобликовања или употребе дела у свом делу, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела. У односу на све остале лиценце, овом лиценцом се ограничава највећи обим права коришћења дела.
4. Ауторство - некомерцијално – делити под истим условима. Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце и ако се прерада дистрибуира под истом или сличном лиценцом. Ова лиценца не дозвољава комерцијалну употребу дела и прерада.
5. Ауторство – без прераде. Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, без промена, преобликовања или употребе дела у свом делу, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце. Ова лиценца дозвољава комерцијалну употребу дела.
6. Ауторство - делити под истим условима. Дозвољавате умножавање, дистрибуцију и јавно саопштавање дела, и прераде, ако се наведе име аутора на начин одређен од стране аутора или даваоца лиценце и ако се прерада дистрибуира под истом или сличном лиценцом. Ова лиценца дозвољава комерцијалну употребу дела и прерада. Слична је софтверским лиценцима, односно лиценцима отвореног кода.