

# Utjecaj materijala ortodontskih bravica na polimerizacijsku kinetiku i stupanj konverzije adhezijskih sustava

---

**Profeta Krznar, Ivona**

**Doctoral thesis / Doktorski rad**

**2024**

*Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj:* **University of Zagreb, School of Dental Medicine / Sveučilište u Zagrebu, Stomatološki fakultet**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:127:056665>

*Rights / Prava:* [Attribution-NonCommercial 4.0 International](#)/[Imenovanje-Nekomercijalno 4.0 međunarodna](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2025-03-14**



*Repository / Repozitorij:*

[University of Zagreb School of Dental Medicine Repository](#)





Sveučilište u Zagrebu

Stomatološki fakultet

Ivona Profeta Krznar

**UTJECAJ MATERIJALA  
ORTODONTSKIH BRAVICA NA  
POLIMERIZACIJSKU KINETIKU I  
STUPANJ KONVERZIJE ADHEZIJSKIH  
SUSTAVA**

DOKTORSKI RAD

Zagreb, 2024.



Sveučilište u Zagrebu

Stomatološki fakultet

Ivona Profeta Krznar

**UTJECAJ MATERIJALA  
ORTODONTSKIH BRAVICA NA  
POLIMERIZACIJSKU KINETIKU I  
STUPANJ KONVERZIJE ADHEZIJSKIH  
SUSTAVA**

DOKTORSKI RAD

Mentorica: prof. dr. sc. Senka Meštović

Zagreb, 2024.



University of Zagreb

School of Dental Medicine

Ivona Profeta Krznar

**INFLUENCE OF THE ORTHODONTIC  
BRACKET MATERIAL ON  
POLYMERIZATION KINETICS AND THE  
DEGREE OF CONVERSION OF RESIN-  
BASED ADHESIVE SYSTEMS**

DOCTORAL DISSERTATION

Supervisor: Professor Senka Meštrović, PhD

Zagreb, 2024.

Rad je ostvaren na Stomatološkom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu, na Zavodu za ortodontiju.

**Lektor hrvatskog jezika:** Anamaria Ban, profesorica hrvatskog jezika i književnosti

**Lektor engleskog jezika:** Josipa Junković, magistra edukacije engleskog jezika

**Sastav Povjerenstva za ocjenu doktorskog rada:**

1. \_\_\_\_\_
2. \_\_\_\_\_
3. \_\_\_\_\_
4. \_\_\_\_\_
5. \_\_\_\_\_

**Sastav Povjerenstva za obranu doktorskog rada:**

1. \_\_\_\_\_
2. \_\_\_\_\_
3. \_\_\_\_\_
4. \_\_\_\_\_
5. \_\_\_\_\_

**Datum obrane rada:** \_\_\_\_\_

Rad sadrži: 78 stranica

50 slika

2 tablice

1 CD

**Rad je vlastito autorsko djelo, koje je u potpunosti samostalno napisano uz naznaku izvora drugih autora i dokumenata korištenih u radu. Osim ako nije drukčije navedeno, sve ilustracije (tablice, slike i dr.) u radu izvorni su doprinos autora poslijediplomskoga doktorskog studija. Autor je odgovoran za pribavljanje dopuštenja za korištenje ilustracija koje nisu njegov izvorni doprinos, kao i za sve eventualne posljedice koje mogu nastati zbog nedopuštenog preuzimanja ilustracija, odnosno propusta u navođenju njihova podrijetla.**

## **Zahvala**

Zahvaljujem mentorici, prof. dr. sc. Senki Meštrović na prihvaćenom mentorstvu, savjetima, vremenu i vodstvu tijekom izrade ovog rada, a posebno na ohrabrenju i motivacijskoj rečenici „To se može!“

Hvala prijatelju i kolegi, dr. sc. Mateju Paru na pomoći oko spektrometrijskih mjerenja, predanom znanju, vremenu, dostupnosti i savjetima tijekom izvođenja eksperimenata, pisanja radova i ovog rada. Zahvalna sam što ga poznajem.

Hvala prof. dr. sc. Zrinki Tarle na pomoći oko spektrometrijskih mjerenja.

Hvala obitelji na razumijevanju i podršci te suprugu Matiji na pomoći oko programske podrške, grafičkog oblikovanja i savjetima oko izrade ovog rada.

Zahvaljujem prijatelju i kolegi, Miodragu Marjanoviću na pomoći oko fotografiranja pripreme uzoraka za mjerenja.

Možda će Teodor jednog dana ovo prolistati.

Znanje ti nitko ne može uzeti...

## Sažetak

### **UTJECAJ MATERIJALA ORTODONTSKIH BRAVICA NA POLIMERIZACIJSKU KINETIKU I STUPANJ KONVERZIJE ADHEZIJSKIH SUSTAVA**

Cilj ovog *in vitro* istraživanja bio je ispitati utjecaj materijala ortodontskih bravica na polimerizacijsku kinetiku, stupanj konverzije (SK) i naknadnu polimerizaciju ortodontskih adhezijskih sustava. Testirano je pet komercijalno dostupnih materijala s različitim sastavima i načinima stvrdnjavanja (svjetlosno stvrdnjavajući ili dvostruko stvrdnjavajući) podijeljenih u tri skupine, od kojih je jedna bila kontrolna skupina (bez brave, BB skupina) te dvije eksperimentalne skupine: skupina s metalnom bravicom (MB skupina) i skupina s keramičkom bravicom (KB skupina). Za mjerenje polimerizacijske kinetike te određivanje SK i naknadne polimerizacije ortodontskih adhezijskih sustava rabljena je infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom (eng. *Fourier-transform infrared spectroscopy, FTIR*) s atenuiranom totalnom refleksijom (eng. *attenuated total reflectance, ATR*). Izračunane su kratkoročne vrijednosti SK (2., 6. i 10. minuta mjerenja) te dugoročne vrijednosti SK (1 dan, 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja uzoraka). Kratkoročne vrijednosti SK kretale su se od 43,9 % do 76,1 %, dok su dugoročne vrijednosti SK bile više i kretale su se od 54,3 % do 85,3 %. Skupina MB pokazala je značajno niže kratkoročne vrijednosti SK u usporedbi s BB i KB skupinama, dok je KB skupina pokazala statistički slične ili blago niže vrijednosti SK u usporedbi s BB skupinom. Što se tiče dugoročnih vrijednosti SK, obje eksperimentalne skupine pokazale su statistički niže ili slične vrijednosti u usporedbi s kontrolnom skupinom, ovisno o vremenu mjerenja. Rezultati su pokazali da polimerizacijska kinetika, stupanj konverzije i naknadna polimerizacija ortodontskih adhezijskih sustava značajno ovisi o materijalu te da na njih utječe prisutnost različitih vrsta materijala brave. Prisutnost metalnih bravica ima veći negativan utjecaj na kratkoročne i dugoročne vrijednosti SK u usporedbi s keramičkim bravicama, međutim takav utjecaj postaje manje izražen tijekom vremena zbog naknadne polimerizacije materijala.

Ključne riječi: stupanj konverzije, polimerizacijska kinetika, naknadna polimerizacija, dugoročna polimerizacija, FTIR, ortodontski adhezijski sustavi, ortodontske brave

## Summary

### INFLUENCE OF THE ORTHODONTIC BRACKET MATERIAL ON POLYMERIZATION KINETICS AND THE DEGREE OF CONVERSION OF RESIN-BASED ADHESIVE SYSTEMS

**Introduction:** Most of the contemporary orthodontic adhesive systems used for bonding are resin-based composite materials. Light-curing systems are predominantly used because of their ability to rapidly achieve high bond strength, ease of handling, and favorable aesthetic characteristics. During light-curing, monomers are converted into polymer, but due to the increase in viscosity of reactive medium complete conversion is unattainable. The degree of conversion (DC) measures the extent of the polymerization reaction, and it is related to mechanical and aesthetic properties as well as the biocompatibility of the material. The conversion of monomers into polymer does not cease when light-curing concludes, rather it is continued until high viscosity completely immobilizes reactive species such as free radicals and monomers, progressively enhancing the DC over time. This phenomenon, known as post-cure development of the DC can extend for up to a month following initial reaction. Additionally, in clinical settings the presence of an orthodontic bracket can impede the passage of curing-light (metal bracket) or light can be scattered (ceramic brackets) potentially affecting the material's DC. Literature indicates that the presence of the metal bracket can reduce DC values by 17% to 29% compared to the control group (without bracket). In addition to light-curing systems, dual-curing systems are also available for clinical application. One of the features of these systems is light-independent, chemically initiated polymerization compensating for insufficient light exposure in areas covered by opaque bracket materials. While numerous studies have investigated the post-cure DC development of resin composite materials used in restorative dentistry, the DC of orthodontic adhesive systems reported in the literature varies significantly, and studies of post-cure DC development of these systems are scarce, especially as a function of bracket materials. Furthermore, most available studies lack a comparison between the DC values obtained in the presence of brackets and the negative control group (without brackets). Hence, the aim of this *in vitro* study was to investigate how the type of orthodontic bracket material influences polymerization kinetics, DC, and post-cure DC development of resin-based orthodontic adhesive systems.



**Materials and methods:** Five commercially available materials (Enlight (Ormco), Transbond LV (3M), Transbond XT (3M), Heliolit (Ivoclar Vivadent) and Phase II Dual Cure (Reliance)) with different compositions and curing modes (light-curable or dual-curable) were tested under three different light-curing conditions: without brackets (control group, CO), with metal brackets (MB group), and with ceramic brackets (CB group). Samples were light-cured using the LED curing unit with a continuous intensity of 1000 mW/cm<sup>2</sup> (Bluephase G2, Ivoclar Vivadent) for 20 s positioned directly above material or CB, and 10 s mesially and 10 s distally for samples with MB. In total 450 samples were tested. To determine the polymerization kinetics, DC, and post-cure DC development, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) with attenuated total reflectance (ATR) was used. FTIR spectra were collected in the 500 - 3500 cm<sup>-1</sup> wave number range at a spectral resolution of 8 cm<sup>-1</sup> for polymerization kinetics measurements and 4 cm<sup>-1</sup> for post-cure DC measurements. Real-time measurements (n = 6 per each bracket and material combination) were performed to determine short-term DC in 2, 6, and 10 minutes of measurement. Each spectrum was recorded in two scans, at a data collection rate of two spectra per second, with continuous spectral recording for 10 minutes from the activation of the light-curing unit. In total 90 samples were tested. To determine post-cure DC values, measurements were performed 1, 7, and 28 days on previously prepared and polymerized samples (n = 8 per each bracket and material combination, and time point) that were withdrawn from the laboratory incubator where they were stored in dry conditions at 37 °C. One spectrum was recorded at each time point using 30 scans per spectrum. In total, 360 samples were tested. The analysis of the FTIR spectra and the DC calculations were performed according to *Rueggeberg's standard baseline method*. Statistical analysis was performed using one-way ANOVA with Tukey post-hoc correction at an overall significance level of 0.05.

**Results:** Short-term DC values obtained from polymerization kinetics measurements, ranged from 43.9 % to 76.1 %. The MB group had significantly lower DC values than the CO group (up to 14.8 %) and CB group (up to 13.3 %). Most of the materials in the CB group had statistically similar values to the CO group, except Enlight and Phase II Dual Cure where DC values were slightly lower (up to 1.5 %). Phase II Dual Cure obtained the highest DC values throughout 10 minutes of measurement in all groups, with DC values from 67.8 % (MB group) to 76.1 % (CO group) at the end of the measurement. Transbond XT obtained the lowest DC values in the CO and CB group throughout the measurement with a DC value of 53.5 % in the

CO and 53.3 % in the CB group at the end of the measurement. In the MB group, Enlight obtained the lowest DC values with a DC of 49.7 % at the end of the measurement.

The long-term DC values were higher than the short-term, ranging from 54.3 % to 85.3 %. Seven days after light-curing, some of the materials showed statistically higher DC values compared to the 1-day-after light-curing (Heliosit in the CO (1.7 %) and the CB (1.0 %) group and Phase II Dual Cure (2.8 %) in the CO group). In the MB group, Transbond LV, Heliosit, and Phase II Dual Cured had statistically lower (1.3% to 3.9%) DC values compared to the CO group. Most of the materials and groups showed a statistically significant increase (0.7 % – 4.8 %) in the DC values between 1 and 28 days after light-curing, except Transbond LV and Phase II Dual Cure, with the increase of the DC values only in the CO group. In the MB group, DC values were significantly lower compared to the CO (2.0 % – 4.3 %) and the CB group (0.8 % – 2.2 %) for Enlight, Transbond LV, and Heliosit.

Enlight and Transbond XT showed a substantial rise (19.2 % – 32.9 %) in the DC values obtained at the end of polymerization kinetics measurement and 1 day after light-curing in all groups.

**Conclusion:** These findings suggest that the polymerization kinetics, DC, and post-cure development of the DC of orthodontic adhesive systems are highly dependent on the materials used and are influenced by the type of bracket material present.

The presence of metal brackets has a more pronounced negative impact on both short- and long-term DC values compared to ceramic brackets. However, this effect diminishes over time due to post-cure polymerization.

Keywords: degree of conversion, polymerization kinetics, post-cure development of the degree of conversion, FTIR, orthodontic adhesive systems, orthodontic bracket

## SADRŽAJ

|  |           |
|--|-----------|
| <b>1.0. UVOD</b> .....   | <b>1</b>  |
| 1.1. Ortodontski adhezijski sustavi .....  | 2         |
| 1.2. Polimerizacija ortodontskih adhezijskih sustava .....   | 2         |
| 1.3. Naknadna polimerizacija ortodontskih adhezijskih sustava .....  | 3         |
| 1.4. Vrste ortodontskih adhezijskih sustava.....   | 4         |
| 1.4.1. Kemijski ili samostvrdnjavajući sustavi .....   | 4         |
| 1.4.2. Svjetlosno stvrdnjavajući sustavi .....   | 4         |
| 1.4.3. Dvostruko stvrdnjavajući sustavi.....   | 5         |
| 1.5. Stupanj konverzije .....  | 5         |
| 1.6. Infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom s atenuiranom totalnom refleksijom .....   | 7         |
| 1.7. Degradacija i otpuštanje monomera iz ortodontskih adhezijskih sustava .....   | 9         |
| 1.8. Ortodontske bravice .....   | 10        |
| 1.8.1. Utjecaj materijala ortodontskih bravica na vrijednosti stupnja konverzije.....  | 11        |
| <b>2.0. SVRHA RADA, CILJEVI I HIPOTEZA</b> .....   | <b>12</b> |
| <b>3.0. MATERIJALI I METODE</b> .....  | <b>14</b> |
| 3.1. Ortodontski adhezijski sustavi .....  | 15        |
| 3.2. Dizajn studije i ortodontske bravice .....  | 17        |
| 3.3. Mjerenje polimerizacijske kinetike, određivanje stupnja konverzije i naknadne polimerizacije ortodontskih adhezijskih sustava .....           | 18        |
| 3.3.1. Priprema uzoraka za mjerenje polimerizacijske kinetike i određivanja kratkoročnih vrijednosti stupnja konverzije.....                       | 19        |
| 3.3.2. Priprema uzoraka za mjerenje naknadne polimerizacije .....  | 20        |
| 3.4. Statistička analiza.....  | 22        |
| <b>4.0. REZULTATI</b> .....  | <b>23</b> |
| 4.1. Polimerizacijska kinetika .....   | 24        |
| 4.1.2. Usporedba kratkoročnih vrijednosti stupnja konverzije između skupina i vremenskih točaka mjerenja .....                                     | 33        |
| 4.1.3. Usporedba kratkoročnih vrijednosti stupnja konverzije među pojedinim materijalima unutar skupine u pojedinoj vremenskoj točki mjerenja..... | 34        |
| 4.2. Naknadna polimerizacija .....   | 41        |

|  |           |
|--|-----------|
| 4.2.1. Usporedba dugoročnih vrijednosti stupnja konverzije između skupina i vremenskih točaka .....  | 41        |
| 4.2.2. Usporedba dugoročnih vrijednosti stupnja konverzije među materijalima unutar skupine u pojedinim vremenskim točkama.....                    | 42        |
| 4.3. Usporedba kratkoročnih i dugoročnih vrijednosti stupnja konverzije.....   | 49        |
| <b>5.0. RASPRAVA.....</b>  | <b>55</b> |
| 5.1. Naknadna polimerizacija ortodontskih adhezijskih sustava .....  | 56        |
| 5.2. Rangiranje materijala ovisno o utvrđenoj vrijednosti stupnja konverzije .....   | 57        |
| 5.3. Povezanost mehaničkih svojstava materijala i vrijednosti stupnja konverzije .....   | 58        |
| 5.4. Infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom s atenuiranom totalnom refleksijom kao metoda za određivanje stupnja konverzije..... | 58        |
| 5.5. Utjecaj karakteristika polimerizacijskog uređaja i vremena osvjetljavanja na vrijednosti stupnja konverzije .....                             | 59        |
| 5.6. Ortodontski adhezijski sustavi s visokim udjelom punila.....  | 60        |
| 5.7. Biokompatibilnost materijala i vrijednosti stupnja konverzije .....   | 61        |
| 5.8. Vrijednosti stupnja konverzije dvostruko stvrdnjavajućih sustava u odnosu na svjetlosno stvrdnjavajuće .....                                  | 61        |
| 5.9. Utjecaj materijala ortodontskih bravica na vrijednosti stupnja konverzije.....  | 62        |
| 5.10. Utjecaj viskoznosti i translucencije materijala na vrijednosti stupnja konverzije ..   | 63        |
| 5.11. Polimerizacijski stres i skupljanje materijala.....  | 64        |
| 5.12. Odnos vrijednosti stupnja konverzije i vezne čvrstoće ortodontskih adhezijskih sustava.....  | 64        |
| <b>6.0. ZAKLJUČAK .....</b>  | <b>66</b> |
| <b>7.0. POPIS LITERATURE .....</b>   | <b>69</b> |
| <b>8.0. ŽIVOTOPIS I POPIS OBJAVLJENIH RADOVA.....</b>  | <b>76</b> |

## POPIS KRATICA

|                |  |
|----------------|--|
| <b>SK</b>      | stupanj konverzije (eng. <i>degree of conversion</i> )   |
| <b>FTIR</b>    | infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom (eng. <i>Fourier-transform infrared</i> ) |
| <b>ATR</b>     | atenuirana totalna refleksija (eng. <i>attenuated total reflectance</i> )                          |
| <b>Raman</b>   | Ramanova spektroskopija  |
| <b>EPR</b>     | Elektronska paramagnetska rezonancija  |
| <b>NMR</b>     | Nuklearna magnetska rezonancija  |
| <b>DSC</b>     | Diferencijalna skenirajuća kalorimetrija   |
| <b>DTA</b>     | Diferencijalna termalna analiza  |
| <b>Bis-GMA</b> | bisfenol A glicidil metakrilat   |
| <b>PET</b>     | polietilen tereftalat  |
| <b>ANOVA</b>   | analiza varijance (eng. <i>analysis of variance</i> )  |
| <b>Bis-EMA</b> | etoksilirani bisfenol A glicidil dimetakrilat  |
| <b>TEGDMA</b>  | trietilenglikol dimetakrilat   |
| <b>UDMA</b>    | uretan dimetakrilat  |
| <b>sur.</b>    | suradnici  |

## **1. UVOD**

## **1.1. Ortodontski adhezijski sustavi**

Ortodontski adhezijski sustavi koriste se za lijepljenje ortodontskih elemenata na caklinu zuba. Njihov sastav temelji se na smolastim kompozitnim materijalima koji se koriste u restorativnoj dentalnoj medicini (1). Imaju dobra mehanička i estetska svojstva te nisku stopu odljepljivanja (2, 3). Među njima prevladava upotreba svjetlosno stvrdnjavajućih sustava zbog ranog postizanja visoke vezne čvrstoće, lakoće rukovanja tim sustavima i njihovih boljih estetskih svojstava (1, 4).

Idealan ortodontski adhezijski sustav trebao bi imati dovoljnu veznu čvrstoću sa zubom kako ne bi došlo do odljepljivanja bravica tijekom terapije, ali i da se tijekom uklanjanja naprave sa zuba na kraju terapije ne ošteti caklina. Trebao bi biti jednostavan za upotrebu, imati karijes protektivno djelovanje i biti ekonomski isplativ (5).

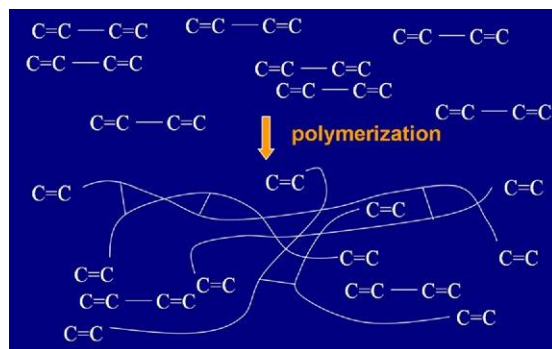
U usporedbi s cementima koji se također koriste za lijepljenje ortodontskih elemenata, ortodontski adhezijski sustavi pokazuju bolju veznu čvrstoću i otpornost na pucanje. Njihov je nedostatak taj da su osjetljivi za kliničku upotrebu jer zahtijevaju suho radno polje, a njihova veza sa zubom i bravicom primarno je mikromehaničke prirode (6, 7).

## **1.2. Polimerizacija ortodontskih adhezijskih sustava**

Adhezija ili lijepljenje (vezivanje) proces je stvaranja veznog spoja između dvaju supstrata. U dentalnoj medicini supstrat čine caklina ili dentin i restorativni materijal (kompozit). Dentalni adhezijski sustavi otopine su smolastih monomera koje povezuju restorativne materijale sa zubom nakon njihove polimerizacije (8). Da bi se adhezija omogućila, potrebno je prvo pripremiti površinu supstrata što se postiže jetkanjem površine. Jetkanje cakline ortofosfornom kiselinom u dentalnu medicinu uveo je Buonocore 1955. godine. Uočio je da se u porama cakline stvorene jetkanjem mikromehanički uklješćuje polimetilmetakrilatna smola (9). Upotreba ortofosforne kiseline za jetkanje i postupak adhezije koji slijedi u ortodonciji prvi je put dokumentirao Newman 1965. godine (10).

Reakciju polimerizacije koja dovodi do stvrdnjavanja materijala karakterizira križno povezivanje molekula monomera u polimer, pri čemu se stvara mreža u kojoj se uklješte čestice anorganskog punila. Idealno bi bilo da tijekom polimerizacijske reakcije sav monomer prijeđe u polimer, ali to se ne događa. Kinetika polimerizacijske reakcije ovisi o količini reaktanata, ali je modulirana porastom viskoznosti reaktivnog medija zbog stvaranja unakrsno povezane polimerne mreže (11). Na početku, brzina reakcije isključivo ovisi o količini

reaktanata (slobodnih radikala i monomera). Pri niskim stopama konverzije (< 5 %) gelacija smolaste matrice smanjuje brzinu terminacije i dovodi do povećanja ukupne brzine polimerizacije (autoakceleracija). Kako reakcija napreduje, povećanje viskoznosti otežava kretanje krajeva metakrilatnih lanaca u kojima se nalaze slobodni radikali pa brzina reakcije pada (autodeceleracija). Konačno, viskoznost postaje toliko visoka da određena količina nekonvertiranog monomera i slobodnih radikala ostaje zarobljena unutar polimerne mreže, zaustavljajući polimerizaciju i sprječavajući da konačna konverzija dosegne 100 % (4, 11 –13). Nekonvertirane molekule monomera zaostaju u polimernoj mreži kao rezidualni monomeri ili najviše kao privjesni lanci koji se protežu od glavnih lanaca zato što su reagirali samo na jednom kraju difunkcionalne molekule (Slika 1) (1).



Slika 1: Shematski prikaz privjesnih bočnih lanaca. Preuzeto iz (1).

### 1.3. Naknadna polimerizacija ortodontskih adhezijskih sustava

Veći dio polimerizacijske reakcije događa se tijekom svjetlosne aktivacije, no ona traje još neko vrijeme. Naknadna polimerizacija nastavlja se sporo, padajućom brzinom i 24 sata nakon početka reakcije, sve dok porast viskoznosti reaktivnog medija u potpunosti ne zaustavi preostale reaktivne spojeve (slobodne radikale i metakrilatne monomere) (4, 12, 14). To uzrokuje završetak polimerizacije prije nego što su reaktanti potpuno potrošeni. To se za kompozite u dentalnoj medicini događa tipično pri stupnju konverzije monomera u polimer od 60 % do 80 % (14).

Ovisno o svojstvima materijala i eksperimentalnim uvjetima, neke studije pokazale su naknadnu polimerizaciju kompozitnih materijala nakon 24 sata, čak i nakon 7 dana i 28 dana (13, 15).

Svezivanje u ortodontiji kompleksne je prirode zbog prisutnosti bravica. Polimerizacija materijala događa se kroz bravicu i refleksijom svjetla od zuba (10, 16). Prisutnost bravice



predstavlja barijeru prolasku svjetla do materijala, smanjujući intenzitet svjetla i ukupnu energiju dostupnu za polimerizaciju materijala (1).

Preporuka je proizvođača da se metalne bravice osvjetljavaju neizravno jednako vrijeme s mezijalne i distalne ili incizalne i cervikalne strane bravice. Estetske bravice (keramičke, plastične) osvjetljavaju se pozicioniranjem vrha polimerizacijskog uređaja izravno na prednju površinu bravice.

#### **1.4. Vrste ortodontskih adhezijskih sustava**

Stvaranje slobodnih radikala, čime započinje reakcija polimerizacije, može biti potaknuto kemijski, svjetlosno ili kombinacijom navedenih mehanizama. Stoga razlikujemo kemijski stvrdnjavajuće, svjetlosno stvrdnjavajuće i dvostruko stvrdnjavajuće ortodontske adhezijske sustave.

##### **1.4.1. Kemijski ili samostvrdnjavajući sustavi**

Ti adhezijski sustavi prvi su se koristili za lijepljenje u ortodonciji (10). Najčešće su kombinacija dviju pasti koje zahtijevaju međusobno miješanje ili postoje u formi jedne paste, tzv. *no-mix* sustavi. Inicijator reakcije polimerizacije je benzoil peroksid u jednoj pasti, a aktivator tercijarni aromatski amin kao dimetil-p-toluidin ili dihidroksi-p-toluidin u drugoj pasti. Najduže postoje na tržištu. Zahtijevaju miješanje dviju komponenti što klinički može biti vremenski zahtjevno, a tijekom miješanja mogu ostati inkluzije zraka u mješavini. To inhibira polimerizacijsku reakciju i utječe na konačna svojstva materijala. Kod *no mix* sustava dolazi do inhomogene polimerizacije materijala zbog nejednolike difuzije tekuće komponente sustava koja se nanosi na površinu cakline i bazu bravice te paste. Polimerizacija je bolja što je materijal nanesen u tanjem sloju pa zbog toga nisu pogodni za lijepljenje ortodontskih tuba (17).

##### **1.4.2. Svjetlosno stvrdnjavajući sustavi**

Ti materijali dolaze kao jednokomponentne paste i obično kao inicijator polimerizacijske reakcije koriste kamforkinon, koji se aktivira pri valnoj duljini od 468 nm. Klinički su prihvatljivi za upotrebu jer nema miješanja komponenti. Time se štedi vrijeme i omogućuje duža provjera pozicioniranja bravice te se danas najčešće koriste. Reakcija polimerizacije potaknuta je vidljivim svjetlom. Polimerizacija tih materijala ovisi o vremenu izlaganja svjetlu, koncentraciji inicijatora, intenzitetu svjetla koje emitira polimerizacijski uređaj, valnoj duljini

inicijatora i volumnom udjelu punila (17). Raspršenje svjetlosti na površini čestica punila može smanjiti intenzitet svjetlosti što rezultira nižim stupnjem konverzije, pogotovo kod debljih slojeva materijala (2, 18).

U kliničkim uvjetima, produljeno vrijeme osvjetljavanja i veći intenzitet svjetlosti dovode do veće tvrdoće polimeriziranog materijala jer se formira struktura s većom gustoćom poprečnih veza (17). Osvjetljavanjem materijala s rubova bravice može se modificirati polimerizacijsko skupljanje. Reakcija polimerizacije brza je za tanke slojeve materijala i time se smanjuje mogućnost inhibicije polimerizacije atmosferskim kisikom. Zbog navedenog, svjetlosno stvrdnjavajući sustavi imaju bolja mehanička svojstva i rubno brtvljenje od samostvrdnjavajućih sustava (17).

### **1.4.3. Dvostruko stvrdnjavajući sustavi**

Dvostruko stvrdnjavajući sustavi kombinacija su prethodno navedenih. U tim sustavima aktivacija polimerizacije izazvana je površinskim izlaganjem materijala izvoru vidljive svjetlosti, a polimerizacija u dubljem sloju događa se kemijskim procesom stvrdnjavanja. Stoga bi se očekivala i poboljšana svojstva i na površini i u dubini materijala. Pokazuju veću veznu čvrstoću i stupanj konverzije od kemijski stvrdnjavajućih i svjetlosno stvrdnjavajućih sustava. Međutim, zahtijevaju dulje radno vrijeme jer ih je potrebno i miješati i osvjetljivati. Štoviše, miješanje može dovesti do povećanja poroznosti zbog inkluzija mjehurića zraka tijekom pripreme materijala, kao i kod kemijski stvrdnjavajućih sustava (17, 18).

### **1.5. Stupanj konverzije**

Stupanj konverzije dvostrukih veza (SK) jedan je od osnovnih parametara koji kvantificira doseg polimerizacijske reakcije (19). Koncentracija zaostalih alifatskih C=C veza u uzorku nakon polimerizacije, u odnosu na ukupni broj C=C veza u nepolimeriziranom uzorku određuje SK (20). Izražava se u postotnom udjelu. Stupanj konverzije prati stupanj polimerizacije, ali mu nije istovjetan. Stupanj polimerizacije definira se kao broj ponavljajućih jedinica u polimernom lancu i određuje se mjerenjem molekularne mase (21).

Promatranje SK u stvarnom vremenu (*real time*) omogućava proučavanje polimerizacijske kinetike (19). Među promjenama koje se odmah pojavljuju kao rezultat polimerizacije skup je učinaka povezanih s naprezanjem i skupljanjem materijala. Ako je materijal ograničen samo jednom površinom i ne može se slobodno skupljati, generirat će unutarnje naprezanje koje će

se prenositi u okolinu. Takvo naprezanje štetno je za vezu između materijala i zubnih tkiva, posebno jer je potonje prilično kruta struktura (22).

Općenito, fizička i mehanička svojstva kompozitnih materijala usko su povezana sa SK (23). Veće vrijednosti SK potrebne su kako bi se postigla zadovoljavajuća mehanička svojstva (24). Stupanj konverzije utječe na svojstva materijala kao što su tvrdoća, vlačna čvrstoća, tlačna čvrstoća, topivost, degradacija, stabilnost boje i biokompatibilnost (1, 2, 12, 18, 25). Kod manjih vrijednosti SK, zaostatni monomer može se otpuštati u usnu šupljinu i izazvati alergijske i toksične reakcije (10, 12, 13, 24). Manje vrijednosti SK mogu uzrokovati raspadanje materijala i nastanak karijesa (18), a povezuje ih se i s manjom veznom čvrstoćom te češćim odljepljivanjem bravice od zuba (24).

Studije su pokazale da svi monomeri prolaze kroz ekstenzivno umrežavanje tijekom polimerizacije, ali sa značajno zaostalim nekonvertiranim monomerem na kraju reakcije. Zabilježene vrijednosti SK ortodontskih adhezijskih sustava u istraživanjima variraju, od 55 % do 75 % (12). U istraživanju Eliades i sur. (26) navodi se stupanj konverzije od 48 % do 68 %, a Usumež i sur. (27) navode vrijednosti od 36 % do 67 % za neke komercijalno dostupne ortodontske adhezijske sustave. Ispod metalne bravice izmjerene su niže vrijednosti SK, samo 47 % tijekom osvjetljavanja (28).

Stupanj konverzije ovisi o sljedećim parametrima (1, 12):

- Sastav materijala:
  - sastav i vrsta monomera
  - vrsta i količinski udio čestica punila
  - koncentracija inicijatora / fotoinicijatora reakcije.
- Svojstva materijala:
  - opacitet
  - viskoznost.
- Karakteristike polimerizacijskog uređaja:
  - vrsta izvora svjetla
  - područje valnih duljina
  - intenzitet svjetla
  - vremenski interval osvjetljavanja
  - mod osvjetljavanja (konstantni, postupni).
- Uvjeti reakcije i svojstva uzorka:
  - temperatura

- atmosferski uvjeti
- debljina uzorka
- prisutnost prepreke polimerizacijskom svjetlu.

Istraživanjima je utvrđeno da vrijeme osvjetljavanja i intenzitet svjetla najviše utječu na SK. (12, 29). Veća količina čestica punila povezana je s manjim vrijednostima SK (18).

Prijašnjim istraživanjima utvrđeno je da se SK povećava tijekom vremena, čak 24 sata nakon osvjetljavanja (10, 11, 18), a prema nekim istraživanjima kontinuirana polimerizacija monomera primjetna je i do mjesec dana od početka reakcije (30). To znači da se svojstva materijala povezana sa SK mogu mijenjati s vremenom, nakon što pacijent napusti ordinaciju. Većina dostupnih istraživanja SK ortodontskih adhezijskih sutava (2, 23, 26, 31 – 33) zabilježila je vrijednosti odmah nakon osvjetljavanja, a manje je istraživanja naknadne polimerizacije materijala, pogotovo nakon sedam dana ili mjesec dana od početka reakcije (12). Za mjerenje SK rabe se različite metode. Razlikujemo neizravne metode, kao što je mikrotvrdoća ili izravne, kao što su: infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom (eng. *Fourier-transform infrared spectroscopy, FTIR*), Ramanova spektroskopija, elektronska paramagnetska rezonancija (eng. *electron paramagnetic resonance, EPR*), nuklearna magnetska rezonancija (eng. *nuclear magnetic resonance, NMR*), diferencijalna skenirajuća kalorimetrija (eng. *differential scanning calorimetry, DSC*) i diferencijalna termalna analiza (eng. *differential thermal analysis, DTA*) (1, 20). Najčešće korištena metoda je FTIR (20, 34).

## **1.6. Infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom s atenuiranom totalnom refleksijom**

Infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom metoda je koja se najčešće koristi u određivanju stupnja konverzije smolastih kompozitnih materijala (20, 25, 34, 35).

Infracrvena spektroskopija temelji se na interakciji elektromagnetskog zračenja infracrvenog dijela spektra i materije. Pogodna je za ispitivanje materijala u svim trima agregatnim stanjima (20, 36). Temelji se na interakciji između elektromagnetskog zračenja i prirodnih vibracija kemijskih veza među atomima koji čine materijal. Da bi materijal apsorbirao zračenje infracrvenog spektra, potrebno je ostvariti dva uvjeta: mora se poklopiti frekvencija vibracija infracrvenog spektra i kemijskih veza među atomima u molekuli i vibracije moraju uzrokovati promjenu dipolnog momenta molekule tijekom vibracije. Postoje dvije vrste molekularnih vibracija – one koje mijenjaju duljinu kemijske veze (eng. *stretching*) i one koje mijenjaju kut (eng. *bending*) (20, 21).

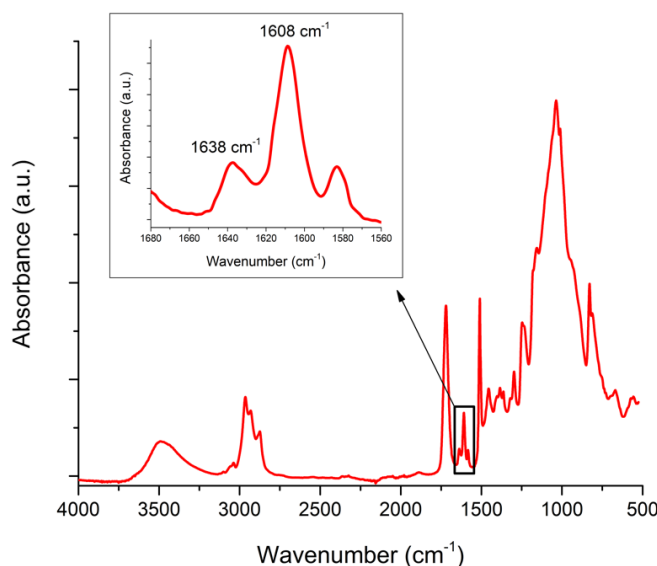
Glavni dijelovi spektrometra s Fourierovom transformacijom su: izvor zračenja, interferometar i detektor. Na detektoru se registrira signal, odnosno dobiva se interferogram. Fourierova transformacija zapravo je matematički model za konverziju interferograma u spektar koju radi računalo.

Tijekom mjerenja uzorak apsorbira dio infracrvenog zračenja karakterističan za njegov sastav i to dovodi do promjene u intenzitetu propuštenog i reflektiranog zračenja te stoga razlikujemo dvije metode mjerenja: transmisijsku i reflektirajuću. Transmisijska je metoda najstarija, najjednostavnija i uzorci za mjerenje mogu biti u svim agregatnim stanjima. Iako je transmisijska metoda pogodna za velik broj različitih uzoraka, uzorak ne smije biti predebeo za mjerenje. U tom slučaju mogu se primijeniti metode mjerenja razvijene u novije vrijeme kao što je atenuirana totalna refleksija (eng. *attenuated total reflectance* (ATR)).

Atenuirana totalna refleksija (ATR) reflektivna je metoda koja daje spektar površine tvari te može dati valjane spektre uzoraka koji su predebeli ili koji previše apsorbiraju zračenje. Infracrvena svjetlost potpuno je reflektirana kroz unutrašnjost refleksijskog elementa, do stražnje površine koja je u dodiru s uzorkom. Izravna je veza između broja refleksija ATR kristala i intenziteta rezultantnog spektra. Što je veći broj refleksija, prepoznatljivije su vrpce i bolji je omjer signala i šuma. Signal se može poboljšati i ako produžimo vrijeme mjerenja, odnosno prikupimo veći broj skenova.

Vibracije istezanja alifatskih C=C veza na  $1638\text{ cm}^{-1}$  izabrane su kao ciljna vrpca za analizu, dok su vibracije istezanja aromatskih C=C veza na  $1608\text{ cm}^{-1}$  koje nisu pogođene polimerizacijom izabrane kao referentna vrpca, odnosno interni standard (Slika 2). Infracrveni spektar na osi x sadrži valne brojeve ( $\text{cm}^{-1}$ ), a na osi y apsorbanciju (proizvoljne jedinice, eng. *arbitrary units, a. u.*) te prikazuje vrpce istezanja spomenutih veza pri karakterističnim valnim brojevima. Intenzitet vrpce C=C veze pri  $1638\text{ cm}^{-1}$  tijekom konverzije metakrilata se smanjuje. Relativna promjena intenziteta te vrpce u polimeriziranom uzorku naspram nepolimeriziranog uzorka predstavlja doseg polimerizacijske reakcije koju opisuje SK, dok se vrpca istezanja benzena pri  $1608\text{ cm}^{-1}$  ne mijenja te se može koristiti kao interni standard (21, 37 – 39). Korištenjem internog standarda izbjegava se potreba za kalibracijom s pomoću poznatih koncentracija metakrilatnih monomera, jer SK predstavlja relativnu veličinu, odnosno udio utrošenih dvostrukih C=C veza. S obzirom na to da poznavanje apsolutnih koncentracija C=C veza ne predstavlja bitniji doprinos u istraživanjima dentalnih kompozitnih materijala, uobičajeno je odrediti SK kao isključivo relativnu veličinu pod pretpostavkom da je uz

normiranje spektra na interni standard, intenzitet vrpce na  $1638\text{ cm}^{-1}$  linearno proporcionalan koncentraciji C=C veza u zadanom materijalu (40).



Slika 2: Reprezentativni prikaz FTIR spektra svjetlosno stvrdnjavajućeg ortodontskog adhezijskog sustava Enlight (Ormco). Preuzeto iz (39).

### 1.7. Degradacija i otpuštanje monomera iz ortodontskih adhezijskih sustava

Otpuštanje monomera i ostalih komponenti iz materijala događa se u dvama razdobljima. Prvo je tijekom polimerizacije materijala, a drugo je tijekom funkcionalnog razdoblja u usnoj šupljini kada dolazi do degradacije materijala (1, 41). Otpuštanje tijekom polimerizacije materijala izravno je povezano sa SK (41). Nekonvertirani dijelovi monomera privjesnih lanaca mogu oksidirati ili hidrolizirati, a slina može dovesti do ispiranja zaostalih monomera iz materijala. Osim monomera, i ostale komponente kao što su inicijatori, katalizatori i inhibitori reakcije mogu se otpuštati u usnu šupljinu. U istraživanju Eliades i sur. (42) pokazana je povezanost između vrijednosti SK i zaostatne koncentracije monomera bisfenol-a-glicidil dimetakriala (Bis-GMA), pri čemu je manji SK povezan s većim koncentracijama zaostatne Bis-GMA. Veći stupanj zaostatne Bis-GMA pokazan je i osvjetljavanjem uz prisutnost metalne bravice. Kada vrijednost SK dosegne od 55 % do 60 %, otpuštanje Bis-GMA iz materijala smanjuje se ili ga nema (4).

U *in vitro* istraživanju Jagdish i sur. (41) svi testirani ortodontski adhezijski sustavi pokazali su toksičnost, pri čemu su kemijski stvrdnjavajući i svjetlosno stvrdnjavajući pokazali manju toksičnost od dvostruko stvrdnjavajućih. Ta studija nije pokazala statistički značajnu pozitivnu

korelaciju između SK i toksičnosti za sve ispitne materijale. Vrlo vjerojatno i drugi faktori, osim SK, kao što je topljivost komponenti, pridonose toksičnosti materijala.

## 1.8. Ortodontske bravice

Bravice su ortodontski elementi izravno lijepljeni putem ortodontskih adhezijskih sustava na jetkanu caklinu zuba. Uloga je bravice prijenos sile na zub koja se postiže aktivacijom žice (43). Šezdesetih godina prošlog stoljeća dolazi do razvoja kompozitnih materijala i postupka jetkanja cakline što je stvorilo mogućnost izravnog lijepljenja ortodontskih elemenata na zub. Razlikujemo tri vrste bravica s obzirom na materijal od kojeg je bravica izrađena: metalne, keramičke i plastične. Metalne bravice izrađene su od nehrđajućeg čelika i najduže se koriste u praksi. Pokazuju klinički zadovoljavajuću veznu čvrstoću na caklinu zuba (43) i najčešće se koriste u kliničkoj praksi (34).

Veza između ortodontskoga adhezijskog sustava i metalne bravice mehaničke je prirode (43). Iako polimerizacija svjetlom može biti problematična s metalnim bravicama zbog prigušenja svjetla (18, 44), Tavas i Watts prvi su pokazali da se dovoljno svjetla može reflektirati od zuba kako bi se izvršila odgovarajuća polimerizacija materijala (16).

Keramičke bravice najčešće su izrađene od aluminijskoga ili cirkonijskoga oksida. Bravice izrađene od aluminijskoga oksida mogu biti monokristalinične ili polikristalinične, a one izrađene od cirkonijskoga oksida mogu biti polikristalinične. Bravice izrađene od cirkonijskoga oksida otpornije su na pucanje i jeftinije, ali i opaknije. Kliničke performanse bravica izrađenih od aluminijskoga oksida poboljšavaju se tijekom posljednjih godina pa je upotreba bravica od cirkonijskoga oksida zastarjela (45). Polikristalinične bravice izrađuju se sinteriranjem ili fuzijom čestica aluminijskoga oksida. Takav je način proizvodnje jeftiniji, ali takve bravice u sebi sadrže više nečistoća i nepravilnosti na granicama kristala (24). Monokristalinične bravice proizvode se topljenjem čestica aluminijskoga oksida i njihovim sporim hlađenjem u procesu kontrolirane kristalizacije. Bravica se tada reže u odgovarajući oblik. Takav je proces proizvodnje skuplji, ali bravica u sebi sadrži manje nečistoća i nema nepravilnosti na granicama kristala (24).

Keramičkim bravicama češće pucaju krilca i teže se odljepljuju od zuba, pri čemu može doći do većeg oštećenja cakline nego kod skidanja metalnih bravica (43).

Kliničke performanse metalnih bravica superiornije su u odnosu na keramičke. Najčešći nedostaci keramičkih bravica jesu češće pucanje, poteškoće tijekom odljepljivanja – veća mogućnost oštećenja cakline, veći iznos trenja između žice i slota bravice te cijena.

Neuspjeh adhezijske veze između materijala, bravice i cakline može biti adhezivni ili kohezivni. Adhezivni se događa između bravice i kompozita ili između cakline i kompozita. Kohezivni se događa unutar kompozita, cakline ili bravice. Pucanje veze najčešće je kombinacija adhezivnog i kohezivnog pucanja (43).

Veza keramičke bravice i kompozita može biti kemijska, mehanička ili oboje. Mehanička veza zahtijeva udubljenja ili hrapavu površinu baze bravice što se može postići pjeskarenjem ili mikrojetkanjem. Kemijska veza zahtijeva upotrebu silana. Jedan kraj molekule silana veže se s keramikom, a drugi s dvostrukim ugljikovim vezama u smolastom kompozitnom materijalu. Keramičke bravice koje se oslanjaju na mikromehaničku i kemijsku vezu mogu uzrokovati oštećenje cakline tijekom odljepljivanja bravica (46).

### **1.8.1. Utjecaj materijala ortodontskih bravica na vrijednosti stupnja konverzije**

Prigušenje svjetla koje nastaje zbog prisutnosti bravica utječe na SK (31, 44) i može smanjiti veznu čvrstoću između bravice i zuba (31). Neka istraživanja (12, 27) mjerila su SK materijala, ali bez prisutnosti bravica. Manji je broj istraživanja u kojima su se uspoređivale razlike u vrijednostima SK između metalnih i keramičkih bravica. Zabilježene vrijednosti SK kod prisutnosti metalne bravice bile su od 48 % do 56 % te su niže u usporedbi s keramičkima (58 – 79 %) (23, 26, 32, 34), neovisno o rabljenom materijalu i vremenu osvjetljavanja. Shinya i suradnici pokazali su da prisutnost metalne bravice smanjuje vrijednosti SK od 17 % do 29 % u usporedbi s kontrolnom skupinom (bez bravice) kod dvaju komercijalno dostupnih ortodontskih adhezijskih sustava (25). Većini navedenih istraživanja nedostaje usporedba dobivenih vrijednosti SK tijekom mjerenja u prisutnosti bravice (metalne/keramičke) te usporedba dobivenih vrijednosti s vrijednostima kontrolne skupine (bez bravice).



## **2. SVRHA RADA, CILJEVI I HIPOTEZA**

Svrha je ovog rada ispitati kako vrsta materijala bravice utječe na polimerizacijsku kinetiku, stupanj konverzije i naknadnu polimerizaciju ortodontskih adhezijskih sustava.

Specifični ciljevi su:

- odrediti polimerizacijsku kinetiku ovisno o rabljenom adhezijskom sustavu (pet suvremenih komercijalno dostupnih sustava) i o vrsti bravice (keramička ili metalna)
- odrediti stupanj konverzije adhezijskog sustava u odnosu na način polimerizacije (svjetlosno stvrdnjavajući i dvostruko stvrdnjavajući)
- odrediti stupanj konverzije sustava u odnosu na materijal bravice
- odrediti stupanj konverzije adhezijskog sustava ovisno o vremenu mjerenja
- odrediti stupanj konverzije adhezijskog sustava ovisno o vrsti materijala.

Postavljena je sljedeća hipoteza:

vrsta materijala bravice i sastav adhezijskog sustava utječu na polimerizacijsku kinetiku, stupanj konverzije i naknadnu polimerizaciju ortodontskih adhezijskih sustava.

### **3. MATERIJALI I METODE**

### 3.1. Ortodontski adhezijski sustavi

U ovom istraživanju rabljena su četiri svjetlosno stvrdnjavajuća ortodontska adhezijska sustava te jedan dvostruko stvrdnjavajući (Slika 3).



Slika 3: Ortodontski adhezijski sustavi rabljeni u istraživanju, slijeva nadesno: Phase II Dual Cure (Reliance, dvostruko stvrdnjavajući), Heliosit (Ivoclar Vivadent, svjetlosno stvrdnjavajući), Transbond XT (3M, svjetlosno stvrdnjavajući), Enlight (Ormco, svjetlosno stvrdnjavajući), Transbond LV (3M, svjetlosno stvrdnjavajući).

Podatci o sastavu materijala dostupni od proizvođača prikazani su u Tablici 1.

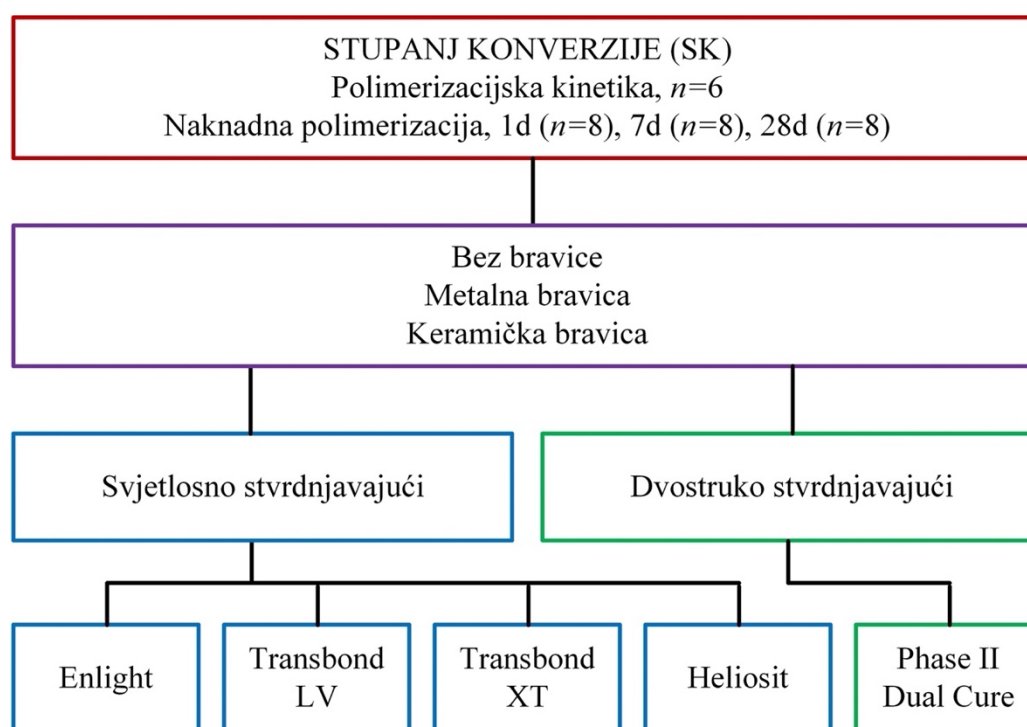
Tablica 1: Sastav materijala rabljenih u istraživanju dostupan od proizvođača.

| Tip materijala                               | Ime materijala     | Proizvođač (LOT No.)   | Kratica | Matrica (maseni udio %)   | Punilo (maseni udio %)                               |
|--|--------------------|--|---------|---|--|
| Svjetlosno stvrdnjavajući adhezijski sustavi | Enlight            | Ormco, Brea, California, SAD (9708681)                                       | EN      | Dimetakrilatni monomer 20 – 30 %  | 70 – 80 % silikatno staklo                           |
|  | Transbond LV       | 3M Unitek, Monrovia, SAD (9739823)   | TB LV   | Bis-GMA, TEGDMA, Bis-EMA  | 65 % nanočestice silikatnog stakla i cirkonij oksida |
|  | Transbond XT       | 3M Unitek, Monrovia, SAD (9478429)   | TB XT   | 10 – 20 % Bis-GMA, 5 – 10 % Bis-EMA                                       | 70 – 80 % silikatno staklo                           |
|  | Heliosit           | Ivoclar Vivadent, Schaan Liechtenstein (Z04SHW)                              | HE      | Bis-GMA, UDMA, dekandioldimetakrilat (85 %)                               | 14 % silikatno staklo                                |
| Dvostruko stvrdnjavajući adhezijski sustav   | Phase II Dual Cure | Reliance Orthodontic Products, Itasca, SAD (A pasta 231267) (B pasta 224969) | PDC     | A pasta: 10 – 30 % Bis-GMA<br>B pasta: 10 – 30 % Bis-GMA, 5 – 10 % TEGDMA | Pasta A: 0 %<br>Pasta B: 50 – 75 % silikatno staklo  |

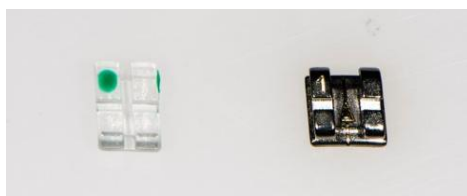
Bis-GMA: bisfenol A glicidil dimetakrilat; Bis-EMA: etoksilirani bisfenol A glicidil dimetakrilat; TEGDMA: trietilenglikol dimetakrilat; UDMA: uretan dimetakrilat

### 3.2. Dizajn studije i ortodontske bravice

Uzorci su podijeljeni u tri skupine ovisno o prisutnosti i vrsti bravice (Slika 4 i 5): kontrolna skupina bez bravice (BB) te dvije eksperimentalne skupine: skupina s metalnom bravicom (MB, equilibrium 2, LOT No. 522218, Dentaaurum, Ispringen, Germany) i skupina s keramičkom monokristaliničnom bravicom (KB, Perfect Clear II, LOT No. P2Z22C2803, Osstem Orthodontics Inc., Republic of Korea). Korištene su bravice gornjih desnih centralnih inciziva zbog ravne površine baze bravice. Unutar svake skupine testirano je svih pet materijala.



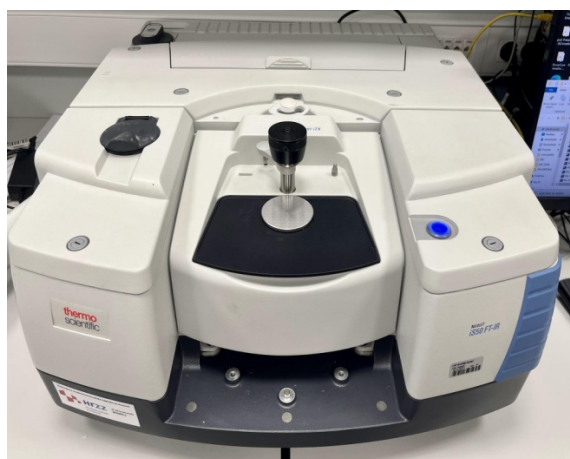
Slika 4: Dizajn studije



Slika 5: Bravice rabljene u istraživanju: keramičke monokristalinične bravice (Perfect Clear II) i metalne bravice (equilibrium 2) od nehrđajućeg čelika.

### 3.3. Mjerenje polimerizacijske kinetike, određivanje stupnja konverzije i naknadne polimerizacije ortodontskih adhezijskih sustava

Za mjerenje polimerizacijske kinetike i određivanje stupnja konverzije te određivanja naknadne polimerizacije ortodontskih adhezijskih sustava rabila se infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom (FTIR) s atenuiranom totalnom refleksijom (ATR) s pomoću uređaja Nicolet iS50 (Thermo Fisher, Madison, SAD (Slika 6)). Infracrveni spektri snimljeni su u rasponu valnih brojeva od 500 do 3500  $\text{cm}^{-1}$  uz rezoluciju od 8  $\text{cm}^{-1}$  za polimerizacijsku kinetiku, odnosno 4  $\text{cm}^{-1}$  za naknadnu polimerizaciju. Za polimerizacijsku kinetiku svaki spektar snimljen je u dva skena, uz brzinu snimanja od dva spektra po sekundi, a kontinuirano snimanje trajalo je 10 minuta od aktivacije uređaja za polimerizaciju (19). Za naknadnu polimerizaciju snimljen je po jedan spektar u svakoj vremenskoj točki (1 dan, 7 dana, 28 dana) uz upotrebu 30 skenova po spektru.



Slika 6: Infracrveni spektrometar Nicolet iS50.

Stupanj konverzije izračunan je kao relativna promjena intenziteta alifatske C=C vrpce na 1638  $\text{cm}^{-1}$  normalizirane prema aromatskoj C=C vrpce na 1608  $\text{cm}^{-1}$  prema sljedećoj formuli:

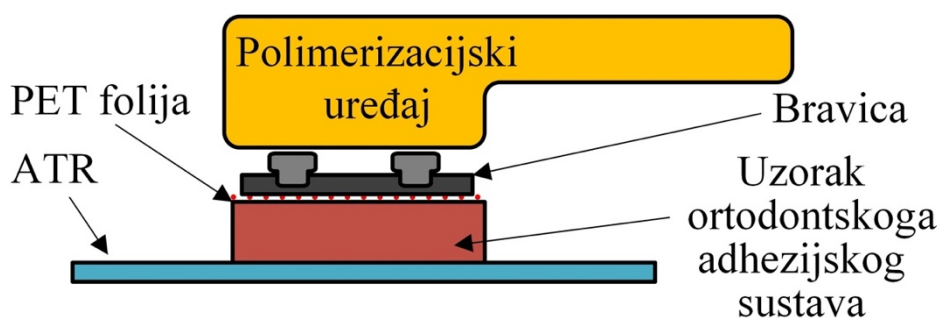
$$SK (\%) = \left[ 1 - \frac{(1638 \text{ cm}^{-1}) / (1608 \text{ cm}^{-1})_{polim.}}{(1638 \text{ cm}^{-1}) / (1608 \text{ cm}^{-1})_{nepolim.}} \right] \times 100$$

Analiza dobivenih spektara i izračun SK izvedeni su prema standardnom postupku za procjenu SK smolastih kompozitnih materijala u dentalnoj medicini (38, 47), poznatom pod nazivom *Rueggebergova metoda* (37).

### 3.3.1. Priprema uzoraka za mjerenje polimerizacijske kinetike i određivanja kratkoročnih vrijednosti stupnja konverzije

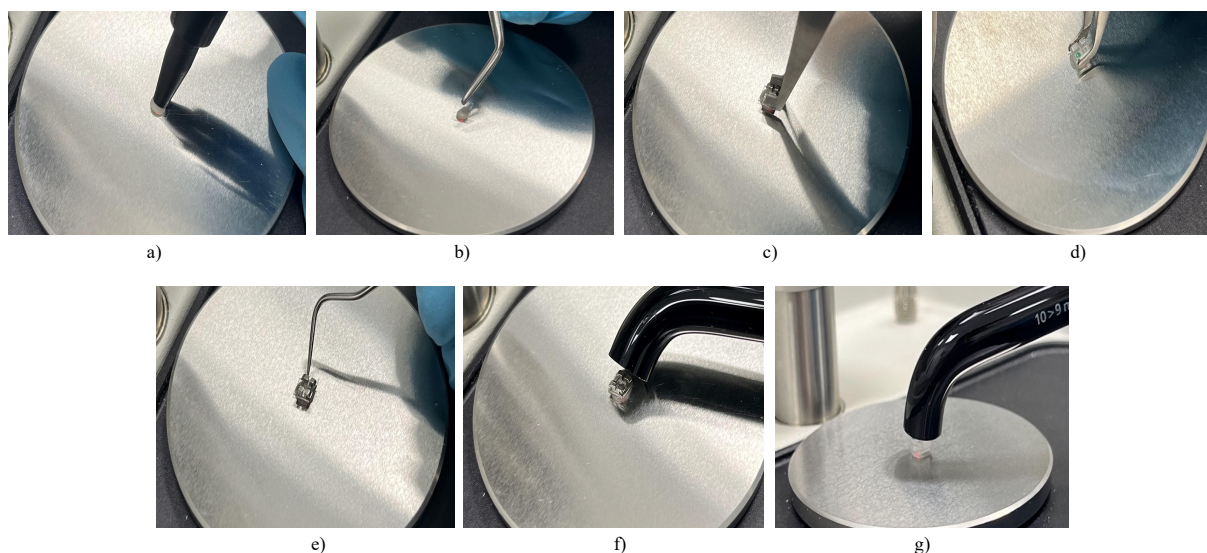
Za svaku kombinaciju materijala i bravice te grupu bez bravice testirano je šest uzoraka ( $n = 6$ ). Ukupno je testirano devedeset uzoraka.

Za mjerenje polimerizacijske kinetike, tanak sloj nepolimeriziranog materijala (0,015 – 0,017 g) stavljen je na ATR kristal i prekriven folijom od polietilen tereftalata (PET; Hawe Striproll; Kerr, Orange, SAD), izrezanoj kako bi odgovarala veličini baze metalne bravice za uzorke BB i MB te veličini baze keramičke bravice za uzorke KB. Folija od polietilen tereftalata osiguravala je konzistentni pritisak baze bravice na cijelu površinu materijala, olakšavala je uklanjanje bravice nakon mjerenja te je omogućavala da se postigne jednakomjerna debljina materijala svakog uzorka koja otprilike oponaša kliničke uvjete (29). Nosačem za bravice, bravica je stavljena na PET foliju i pritisnuta ujednačenim pritiskom. Višak materijala uklonjen je dentalnom sondom. Za uzorke BB, bravica je nosačem uklonjena, a PET folija ostavljena na uzorku. Za uzorke MB i KB bravice su ostale na PET foliji. Uzorci su osvjetljavani polimerizacijskim uređajem Bluephase G2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) 20 sekundi izravno iznad materijala za uzorke BB i izravno iznad bravice za uzorke KB, dok su uzorci MB osvjetljavani 10 sekundi s mezijalne i 10 sekundi s distalne strane bravice pod kutom od  $45^\circ$  (Slika 7). Prosječni intenzitet osvjetljavanja bio je  $1000 \text{ mW/cm}^2$ . Od početka osvjetljavanja materijala, FTIR spektri snimani su tijekom 10 minuta na prethodno opisani način.



Slika 7: Shematski prikaz pripreme uzorka za mjerenje polimerizacijske kinetike.





Slika 8: Realan prikaz pripreme uzoraka za mjerenje polimerizacijske kinetike: a) stavljanje nepolimeriziranog materijala na ATR kristal; b) stavljanje PET folije; c) stavljanje metalne bravice; d) stavljanje keramičke bravice s pomoću nosača za bravice; e) uklanjanje viška materijala dentalnom sondom; f) osvjetljavanje uzorka s metalnom bravicom; g) osvjetljavanje uzorka s keramičkom bravicom.

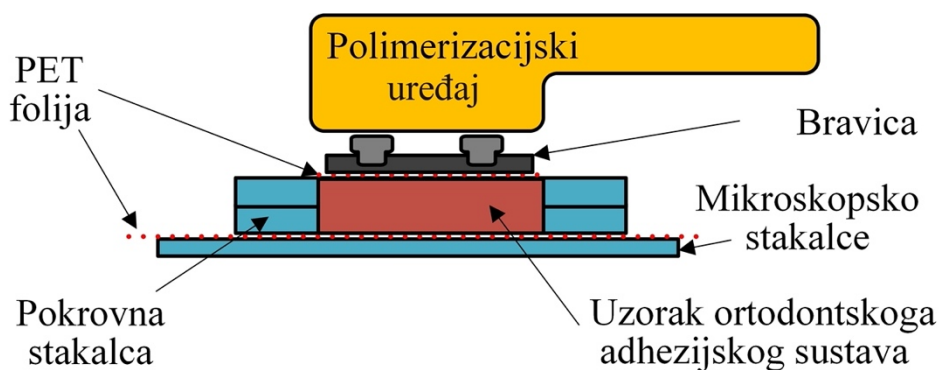
### 3.3.2. Priprema uzoraka za mjerenje naknadne polimerizacije

Uzorci su testirani ovisno o vrsti materijala i tipu bravice u trima različitim vremenskim točkama – nakon 1 dan, 7 dana i 28 dana. Za svaku kombinaciju materijala i bravice te vremensku točku mjerenja pripremljeno je osam uzoraka ( $n = 8$ ). Pripremljeno je ukupno 360 uzoraka.

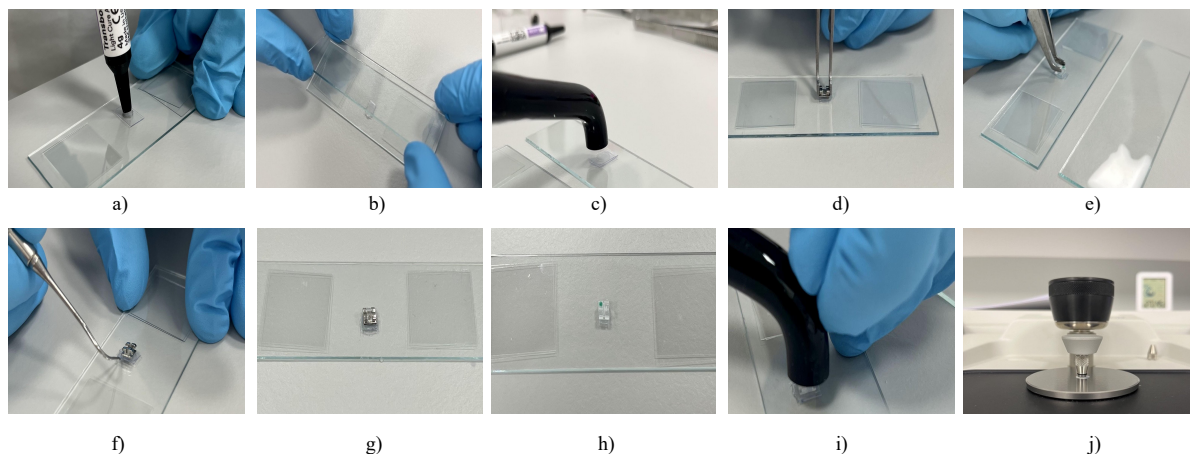
Na predmetno stakalce stavljena je PET folija na koju je nanesen materijal. Sa svake strane PET folije stavljena su dva pokrovna stakalca koja su služila kao razmaknice kako bi se osigurala jednakomjerna debljina svakog uzorka. Na materijal je potom stavljena još jedna PET folija izrezana kako bi odgovarala veličini baze metalne bravice za uzorke BB i MB te veličini baze keramičke bravice za uzorke KB. Drugim predmetnim stakalcem gornja PET folija pritisnuta je ujednačenim pritiskom onoliko koliko su to dopuštale razmaknice. Gornje je predmetno stakalce uklonjeno, a gornja je PET folija ostavljena ili je na nju nosačem za bravice stavljena metalna ili keramička bravica. Donja PET folija olakšavala je uklanjanje polimeriziranog uzorka i njegov premještaj u kutiju za pohranu u inkubator, a gornja PET folija olakšavala je uklanjanje bravice nakon polimerizacije materijala. Višak materijala uklonjen je dentalnom sondom. Uzorci su osvjetljavani polimerizacijskim uređajem Bluephase G2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) 20 sekundi izravno iznad materijala za uzorke BB i izravno

iznad bravice za uzorke KB, dok su uzorci MB osvjetljavani 10 sekundi s mezijalne i 10 sekundi s distalne strane bravice pod kutom od 45°. Nakon osvjetljavanja, uklonjena je gornja PET folija i bravica za uzorke MB i KB. Uzorak je s pomoću pincete uklonjen s donje PET folije i prenesen u plastičnu kutiju na sterilnu gazu (Tosama, Domžale, Slovenija). Uzorci su u kutijama bili pohranjeni u inkubator u suhim uvjetima, na 37° +/- 0,5 °C te izvađeni iz inkubatora ovisno o zadanom vremenu mjerenja (1 dan, 7 dana, 28 dana).

Nakon što su bili pohranjeni određeno vrijeme, uzorci su izvađeni iz inkubatora te su s pomoću stomatološke pincete stavljeni na ATR kristal. Površina uzorka suprotna osvjetljavanoj površini pritisnuta je na ATR kristal spektrometra s pomoću akcesoronog utega montiranog na mjerni uređaj. FTIR spektri snimani su kao što je prethodno opisano. Za svaki materijal dodatno je snimljeno pet uzoraka nepolimeriziranog materijala kako bi se mogao izračunati SK.



Slika 9: Shematski prikaz pripreme uzorka za mjerenje naknadne polimerizacije.



Slika 10: Realan prikaz pripreme uzoraka za mjerenje naknadne polimerizacije: a) stavljanje materijala na donju PET foliju; b) pritisak gornjim mikroskopskim stakalcem; c) osvjetljavanje uzorka bez bravice; d) stavljanje metalne bravice; e) stavljanje keramičke bravice; f) uklanjanje viška materijala; g) pripremljeni uzorak s metalnom bravicom; h) pripremljeni uzorak s keramičkom bravicom; i) osvjetljavanje uzorka s keramičkom bravicom; j) pripremljeni uzorak za mjerenje naknadne polimerizacije.

### 3.4. Statistička analiza

Za procjenu normalnosti distribucije podataka primijenjeni su normalni Q-Q dijagrami i Shapiro-Wilkov test. Budući da nisu opažena značajna odstupanja od pretpostavke normalnosti distribucije, korišten je mješovit model ANOVA kako bi se usporedile vrijednosti SK s faktorom „vrijeme“ unutar subjekata te faktorima „materijal“ i „tip bravice“ među subjektima. Zbog statistički značajnih interakcija među faktorima, podaci SK između ortodontskih adhezijskih sustava i tipova bravica uspoređivani su korištenjem dviju odvojenih jednosmjernih ANOVA uz Tukey *post hoc* korekciju za višestruke usporedbe. Usporedbe među različitim vremenskim točkama izvršene su ANOVA-om za ponovljena mjerenja s Bonferroni *post hoc* prilagodbom. Statistička analiza provedena je korištenjem SPSS 25 (IBM, Armonk, NY, SAD) uz razinu značajnosti od 0,05.

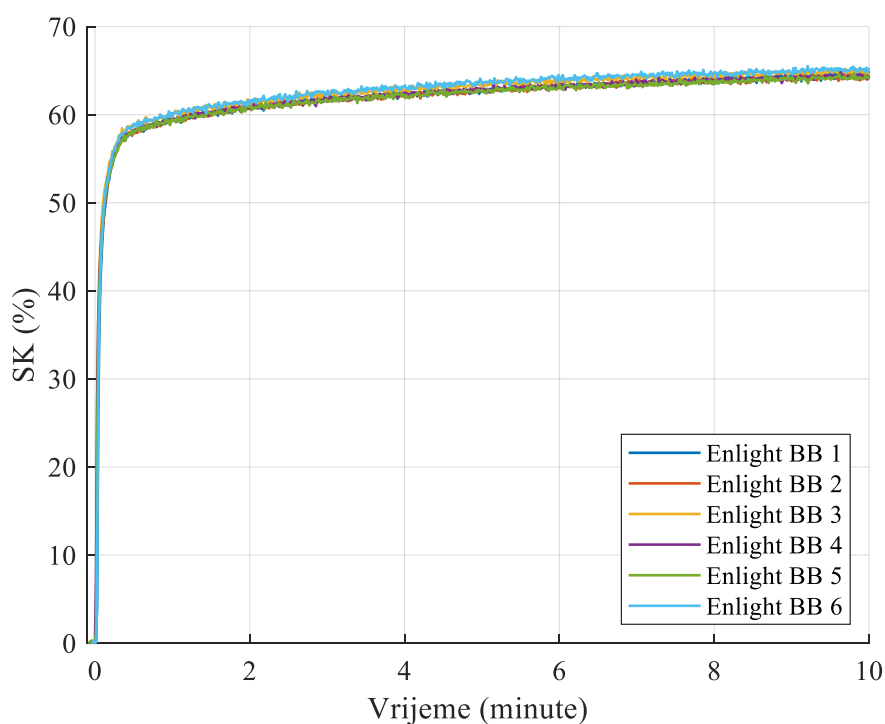
#### **4. REZULTATI**

Unatoč različitim FTIR spektrima ortodontskih adhezijskih sustava koji nastaju zbog različitog sastava materijala, svi testirani materijali sadržavali su vrpce na  $1638\text{ cm}^{-1}$  (alifatska C=C veza) i  $1608\text{ cm}^{-1}$  (aromatska C=C veza).

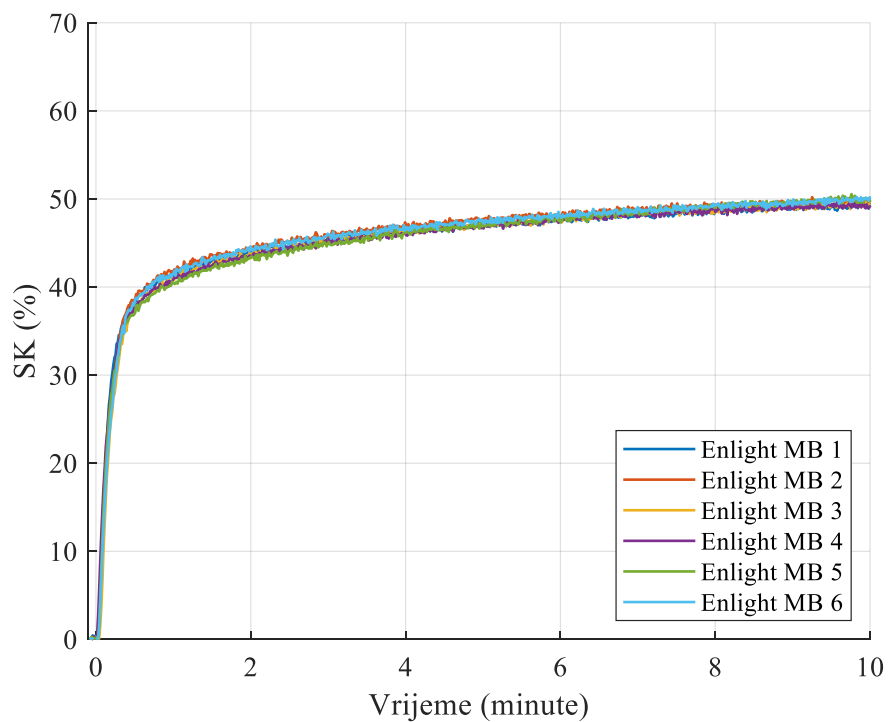
#### 4.1. Polimerizacijska kinetika

Na slikama od 11 do 25 prikazane su krivulje polimerizacijske kinetike svih materijala po uzorku ( $n = 6$ ) i po skupinama (BB, MB, KB).

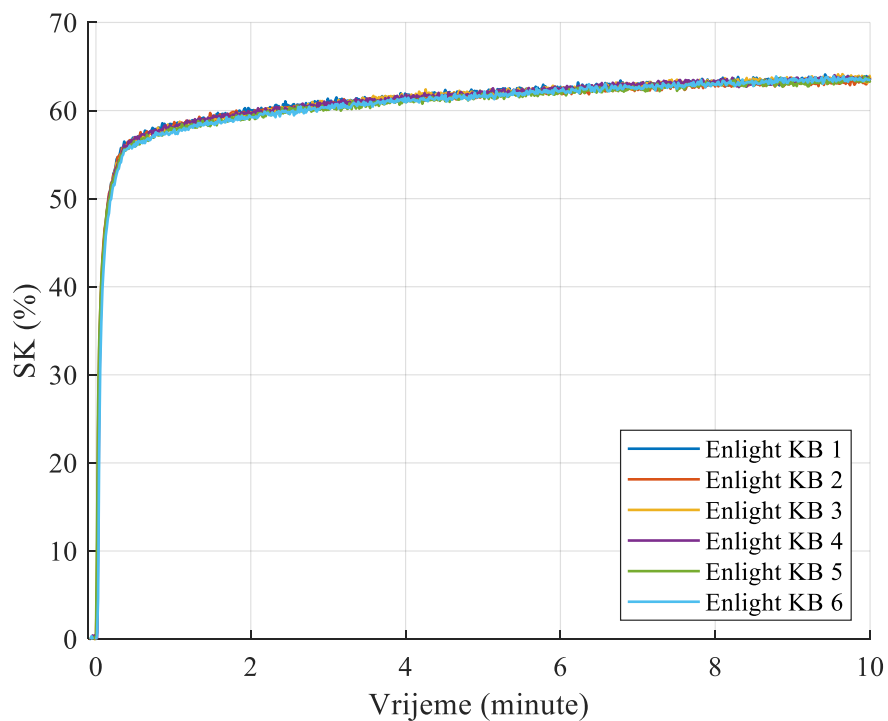
##### ENLIGHT



Slika 11: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Enlight, kontrolna skupina. SK: stupanj konverzije.

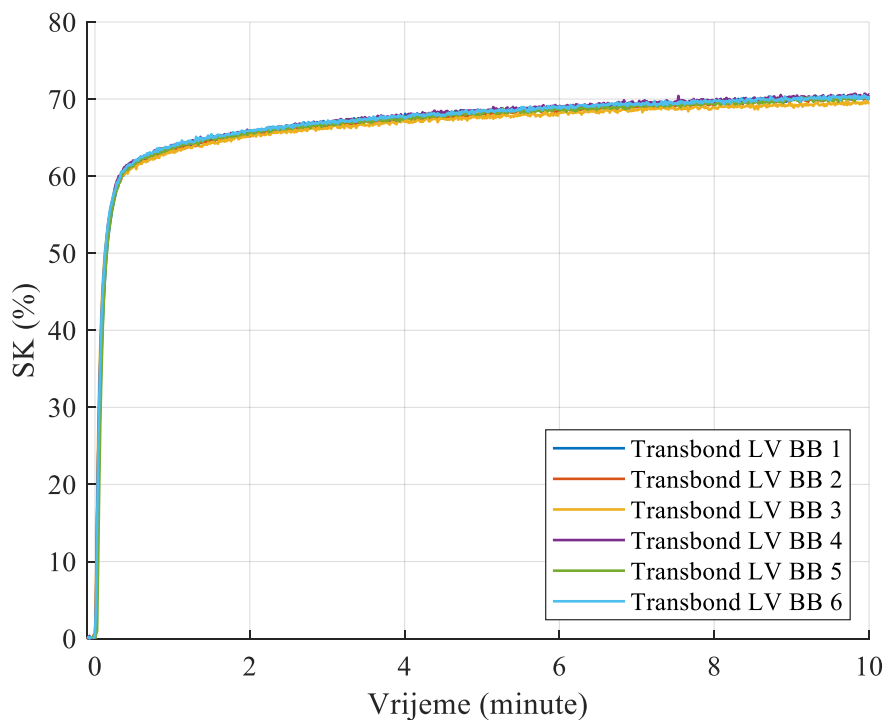


Slika 12: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Enlight, MB skupina. SK: stupanj konverzije.



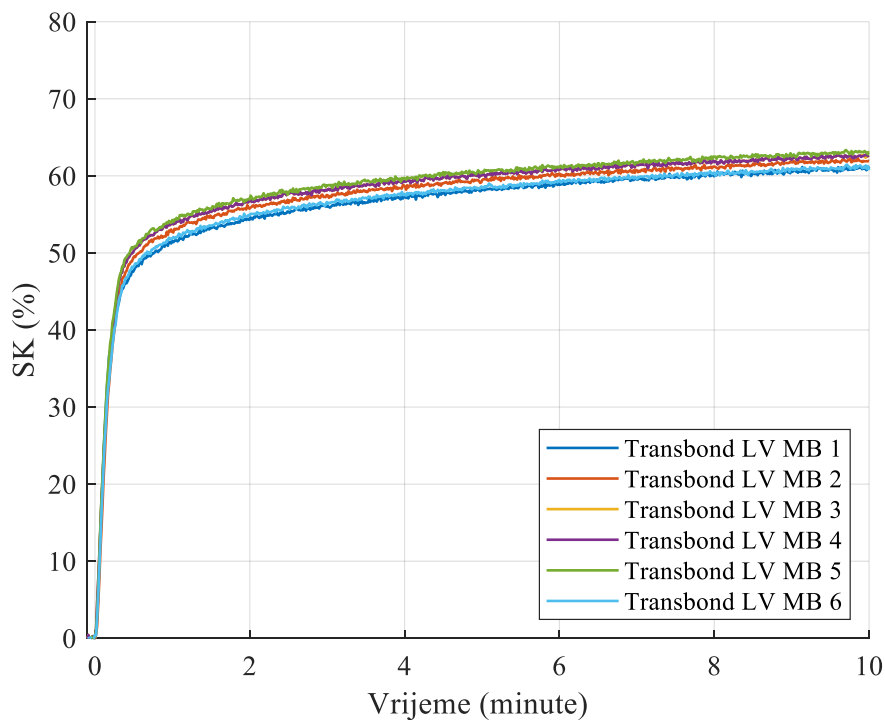
Slika 13: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Enlight, skupina KB. SK: stupanj konverzije.

## TRANSBOND LV



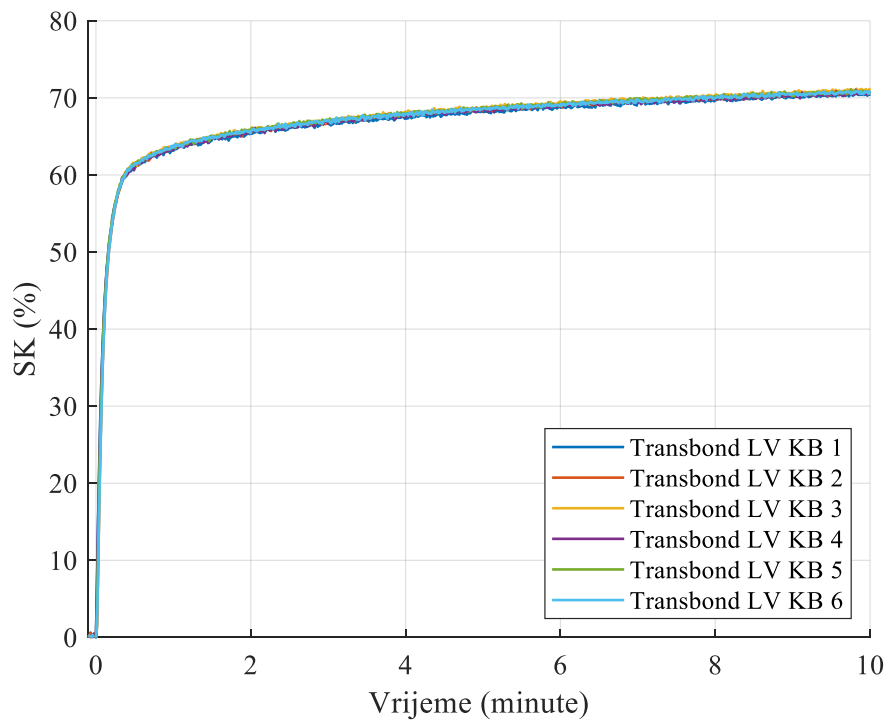
Slika 14: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Transbond LV, kontrolna skupina.

SK: stupanj konverzije.



Slika 15: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Transbond LV, MB skupina. SK:

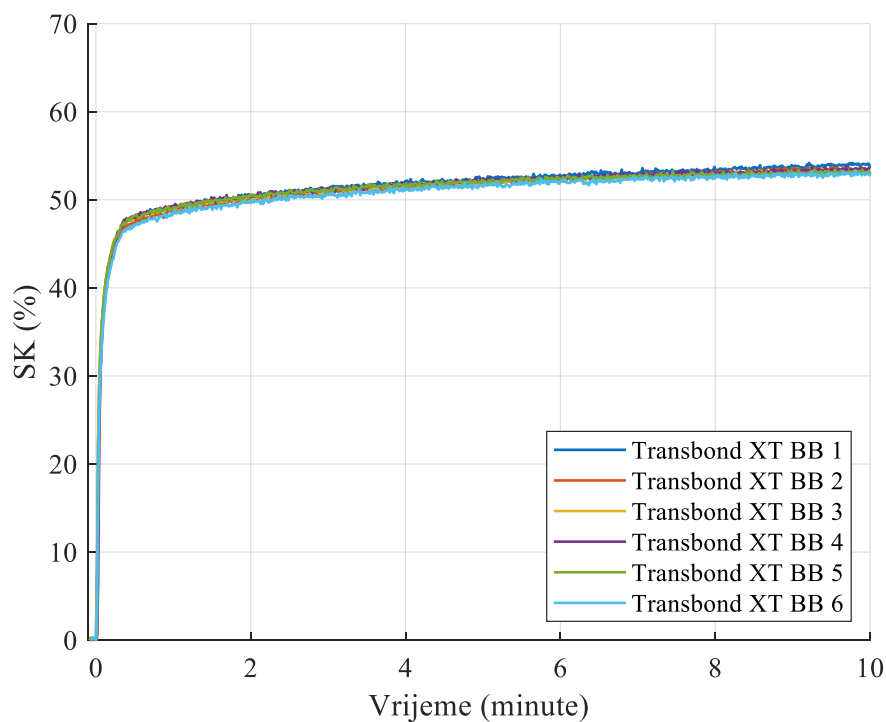
stupanj konverzije.



Slika 16: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Transbond LV, KB skupina. SK: stupanj konverzije.

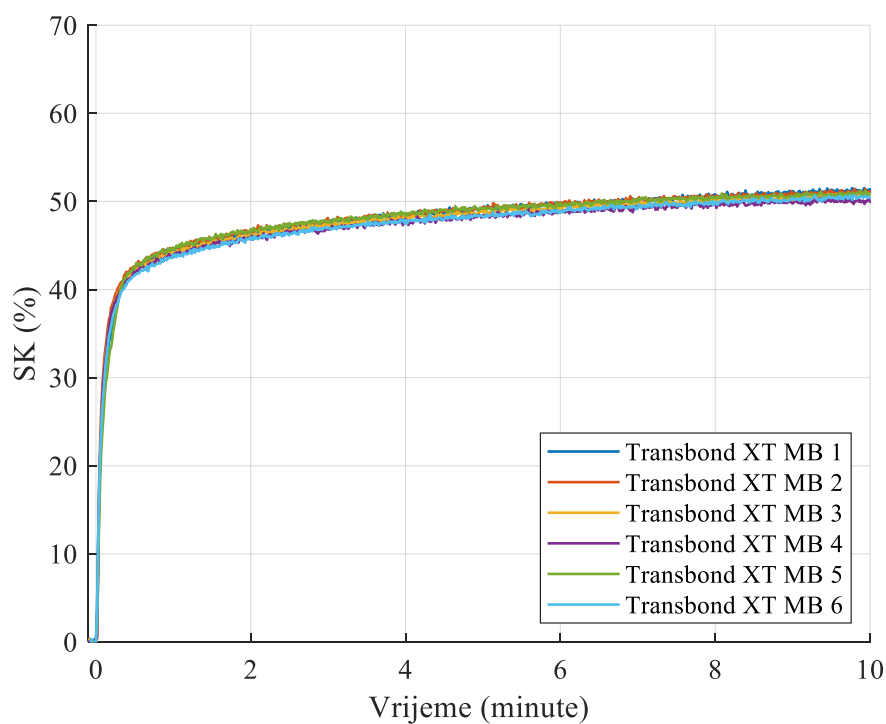


## TRANSBOND XT



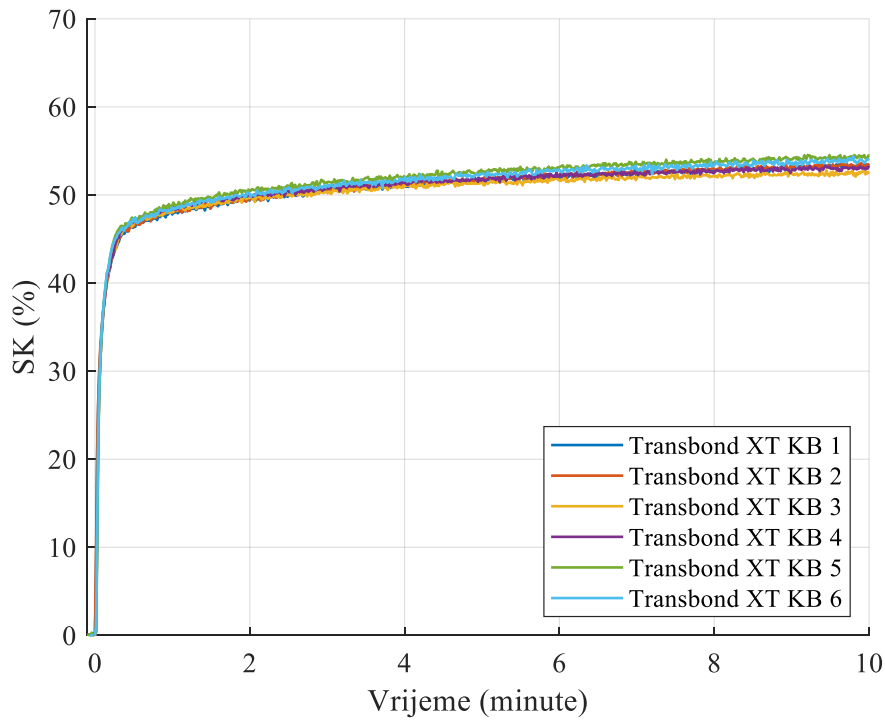
Slika 17: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Transbond XT, kontrolna skupina.

SK: stupanj konverzije.



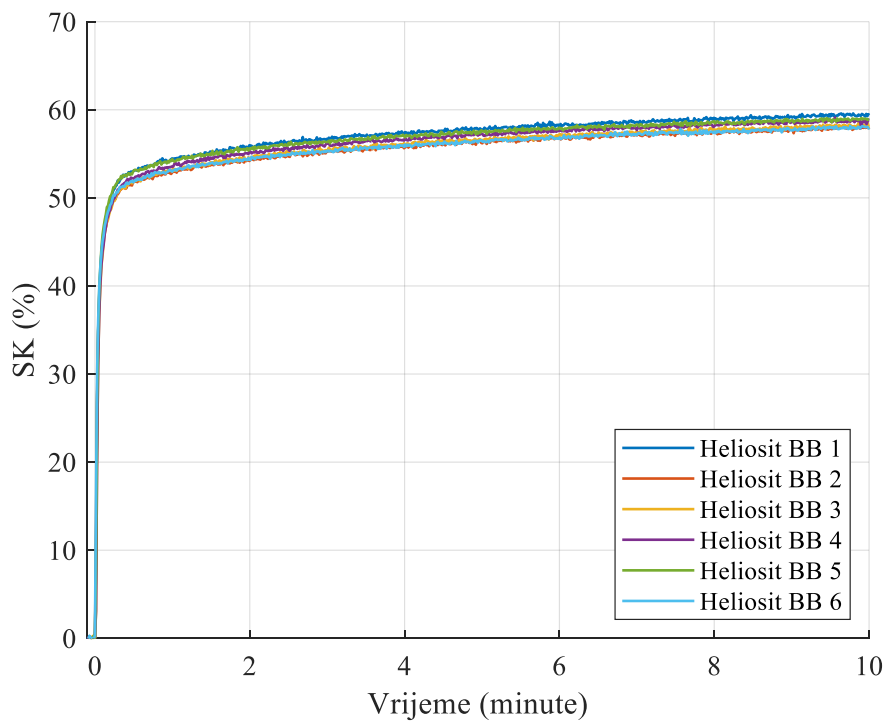
Slika 18: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Transbond XT, MB skupina. SK:

stupanj konverzije.

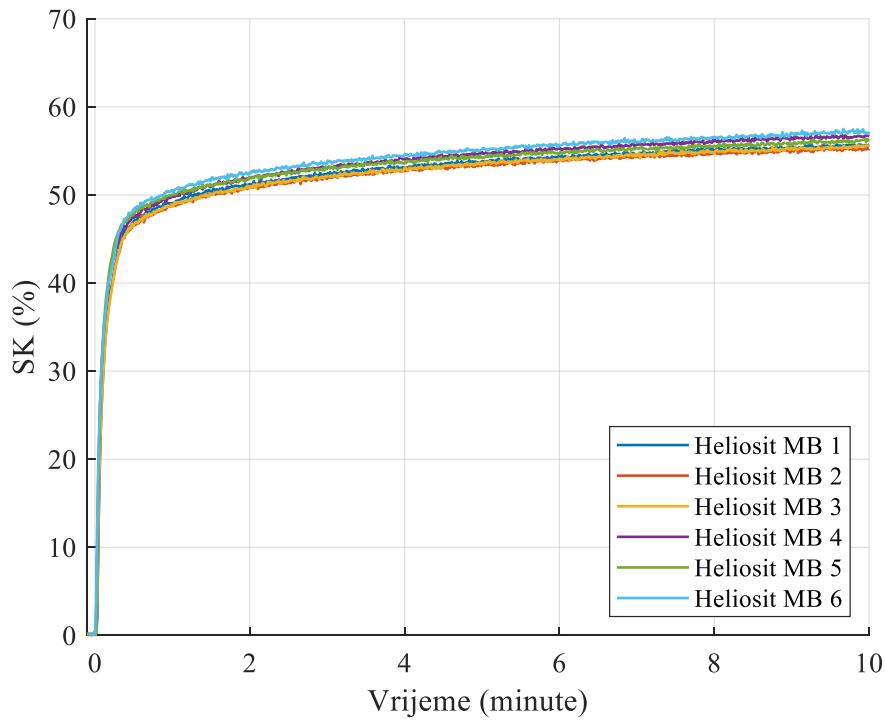


Slika 19: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Transbond XT, KB skupina. SK: stupanj konverzije.

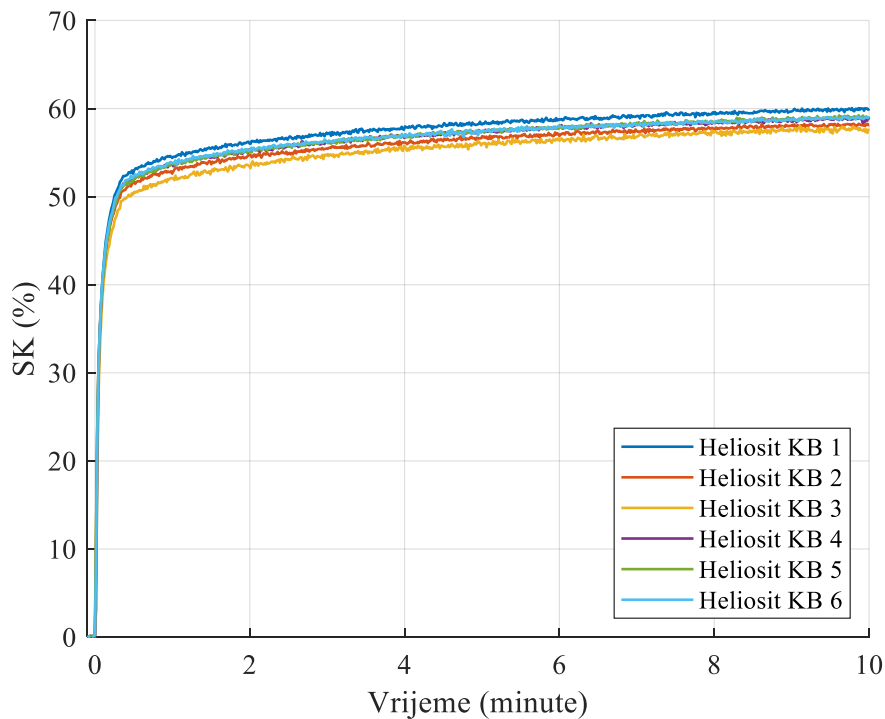
## HELIOSIT



Slika 20: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Heliosit, kontrolna skupina. SK: stupanj konverzije.

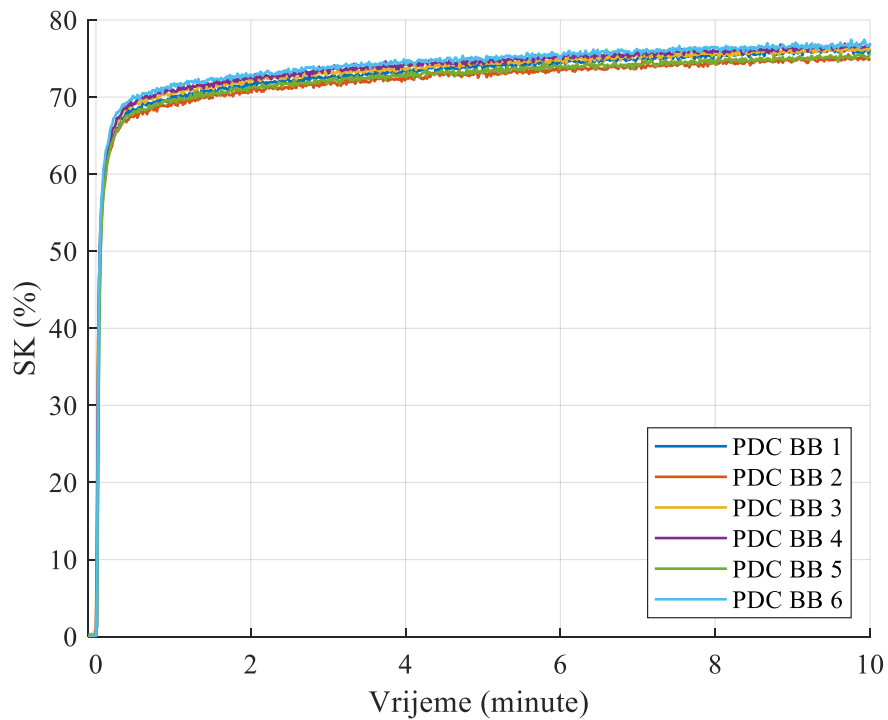


Slika 21: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Heliosit, MB skupina. SK: stupanj konverzije.

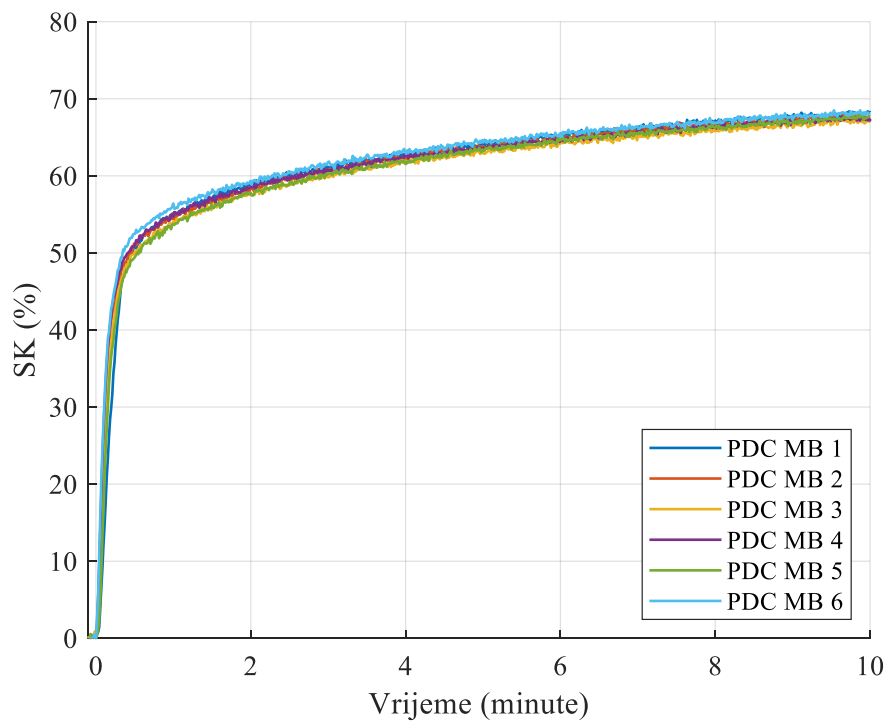


Slika 22: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Heliosit, KB skupina. SK: stupanj konverzije.

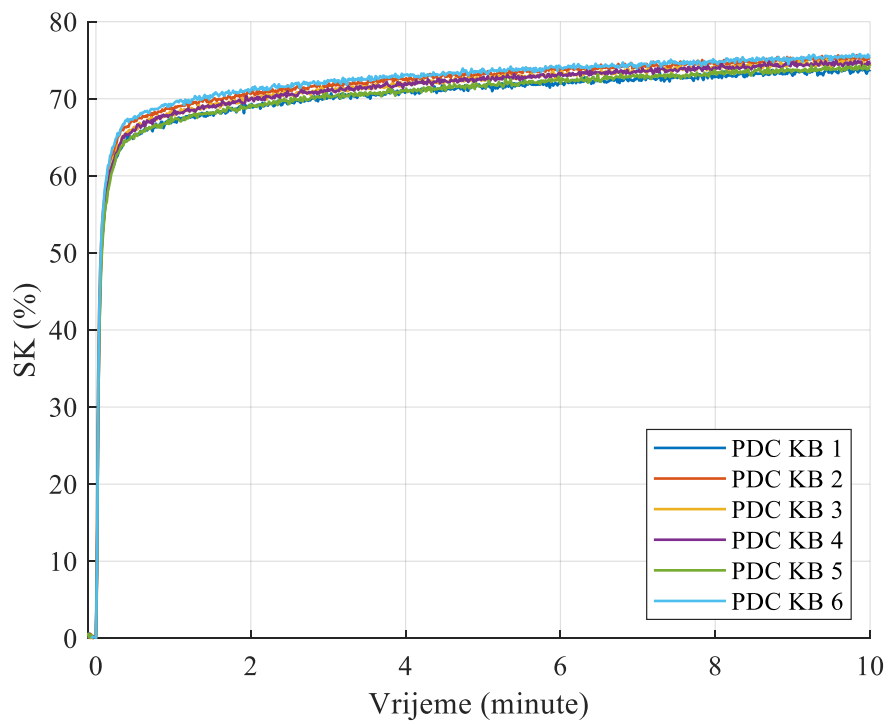
## PHASE II DUAL CURE



Slika 23: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Phase II Dual Cure, kontrolna skupina. SK: stupanj konverzije.



Slika 24: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Phase II Dual Cure, MB skupina. SK: stupanj konverzije.

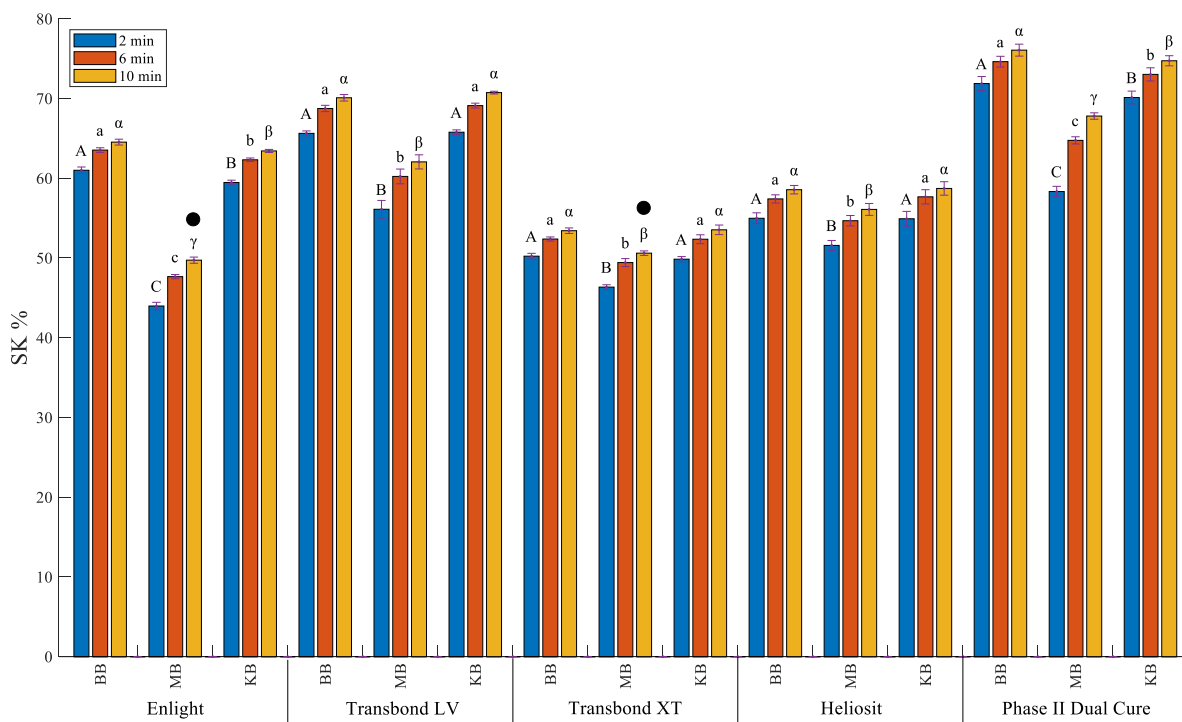


Slika 25: Krivulje polimerizacijske kinetike za materijal Phase II Dual Cure, KB skupina.

SK: stupanj konverzije.

#### 4.1.2. Usporedba kratkoročnih vrijednosti stupnja konverzije između skupina i vremenskih točaka mjerenja

Vrijednosti SK (srednje vrijednosti i standardne devijacije) u drugoj, šestoj i desetoj minuti mjerenja za sve materijale i skupine prikazani su na Slici 26.



Slika 26: Vrijednosti stupnja konverzije (srednje vrijednosti i standardne devijacije) u 2., 6. i 10. minuti mjerenja za sve materijale i skupine. SK: stupanj konverzije; BB – skupina bez bravice, kontrolna skupina; MB – skupina s metalnom bravicom; KB – skupina s keramičkom bravicom. Ista velika slova: statistički slične vrijednosti SK u 2. minuti među skupinama za isti materijal. Ista mala slova: statistički slične vrijednosti SK u 6. minuti među skupinama za isti materijal. Ista grčka slova: statistički slične vrijednosti SK u 10. minuti među skupinama za isti materijal. Statistički slična vrijednost među materijalima u istoj vremenskoj točki mjerenja označena je točkom (●).

Vrijednosti stupnja konverzije rastu kod svih materijala u svim skupinama tijekom vremena mjerenja.

Vrijednosti SK izmjerene su u rasponu od 43,9 % ( $SK_{2 \text{ min}}$  Enlight, MB) do 76,1 % ( $SK_{10 \text{ min}}$  Phase II Dual Cure, BB).

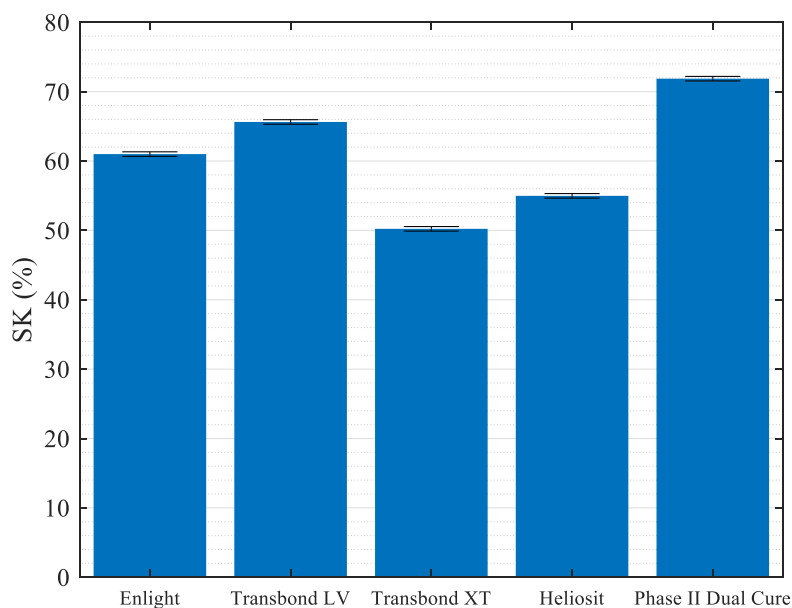
Vrijednosti SK statistički se značajno razlikuju među materijalima u svim skupinama i promatranim točkama mjerenja, osim u skupini MB u 10. minuti u kojoj su vrijednosti za Transbond XT i Enlight statistički slične.

Vrijednosti SK u skupini MB statistički su značajno niže (2,8 % – 14,8 %) za sve materijale u usporedbi s kontrolnom skupinom (BB) i 2,6 % – 13,3 % niže u usporedbi s KB skupinom u svim točkama mjerenja. Vrijednosti SK u skupini KB statistički su značajno niže (1,3 % – 1,5 %) od kontrolne skupine za materijale Enlight i Phase II Dual Cure u svim točkama mjerenja, a za ostale materijale statistički su slične.

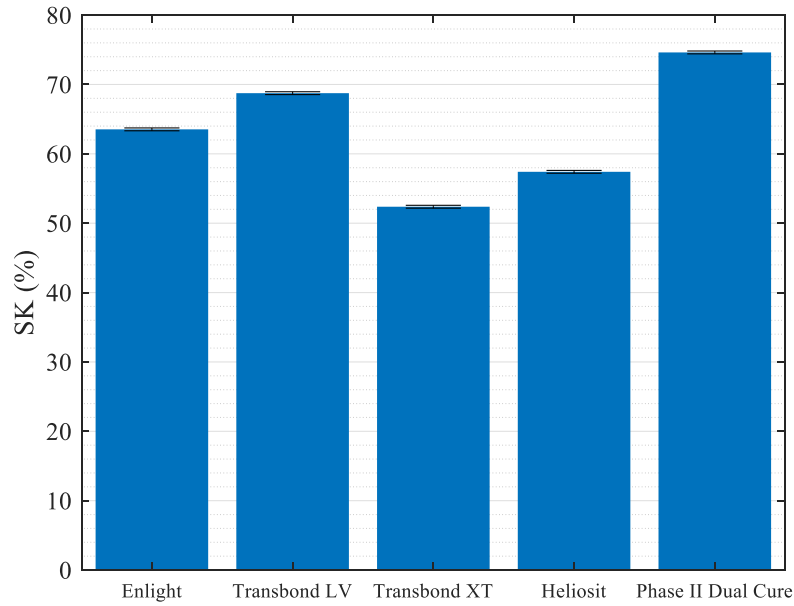
### 4.1.3. Usporedba kratkoročnih vrijednosti stupnja konverzije među materijalima unutar skupine u pojedinoj vremenskoj točki mjerenja

#### 4.1.3.1. Kontrolna skupina

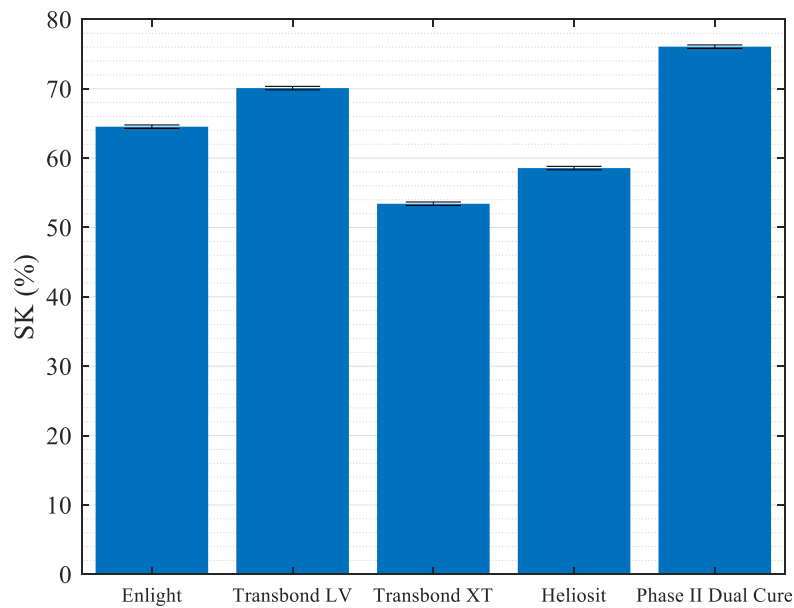
U skupini bez bravice (kontrolna skupina, BB) vrijednosti SK statistički se značajno razlikuju među materijalima u svim promatranim točkama mjerenja (slike 27, 28, 29).



Slika 27: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u kontrolnoj skupini u 2. minuti mjerenja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



Slika 28: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u kontrolnoj skupini u 6. minuti mjerenja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



Slika 29: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u kontrolnoj skupini u 10. minuti mjerenja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.

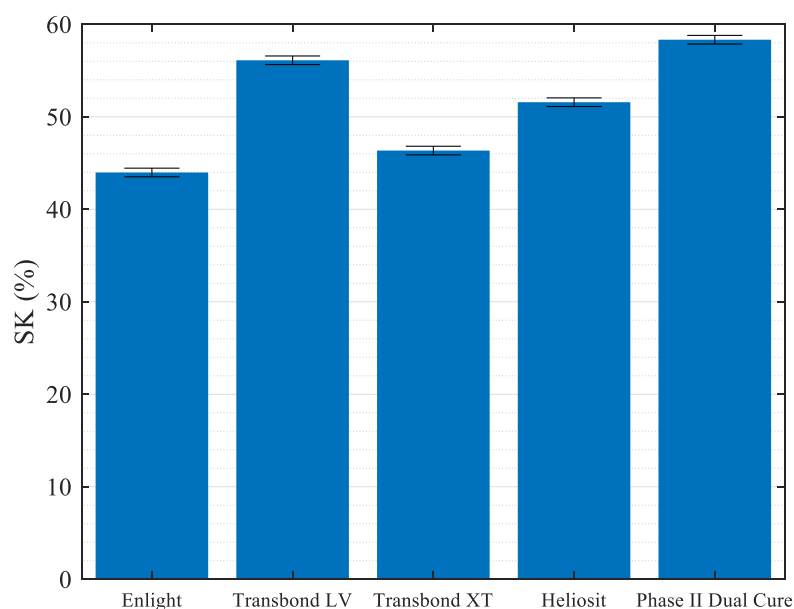
Najniže vrijednosti stupnja konverzije u svim promatranim točkama zabilježene su kod materijala Transbond XT ( $SK_{2 \text{ min}} 50,2 \%$ ,  $SK_{6 \text{ min}} 52,3 \%$ ,  $SK_{10 \text{ min}} 53,4 \%$ ), a najviše kod



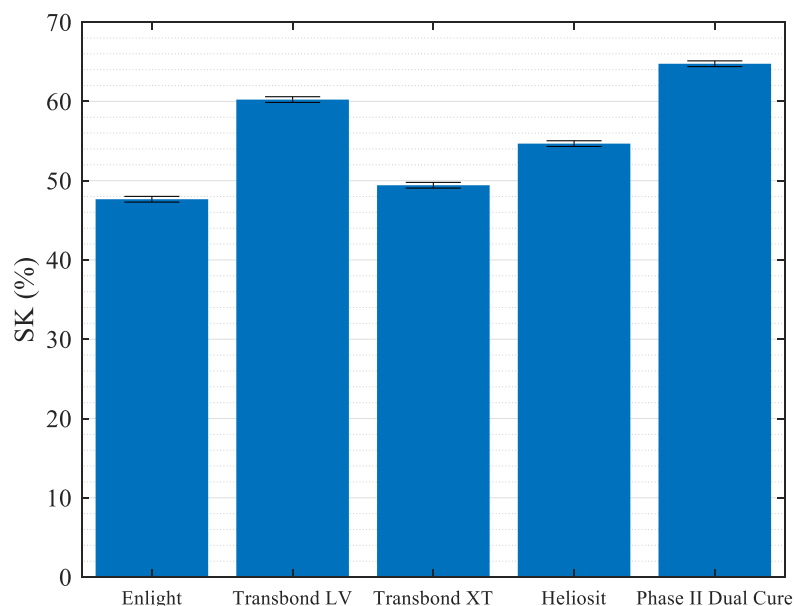
materijala Phase II Dual Cure ( $SK_{2 \text{ min}} 71,8 \%$ ,  $SK_{6 \text{ min}} 74,6 \%$ ,  $SK_{10 \text{ min}} 76,1 \%$ ). Poredak materijala od najniže vrijednosti SK do najveće ne mijenja se u promatranim točkama mjerenja (Transbond XT < Heliosit < Enlight < Transbond LV < Phase II Dual Cure). U toj skupini zabilježena je najmanja razlika u vrijednosti stupnja konverzije između 2. i 10. minute mjerenja za sve materijale, pri čemu Transbond XT ima najmanju razliku od 3,2 %, a najveću ima Phase II Dual Cure od 4,1 %.

#### 4.1.3.2. Skupina s metalnom bravicom

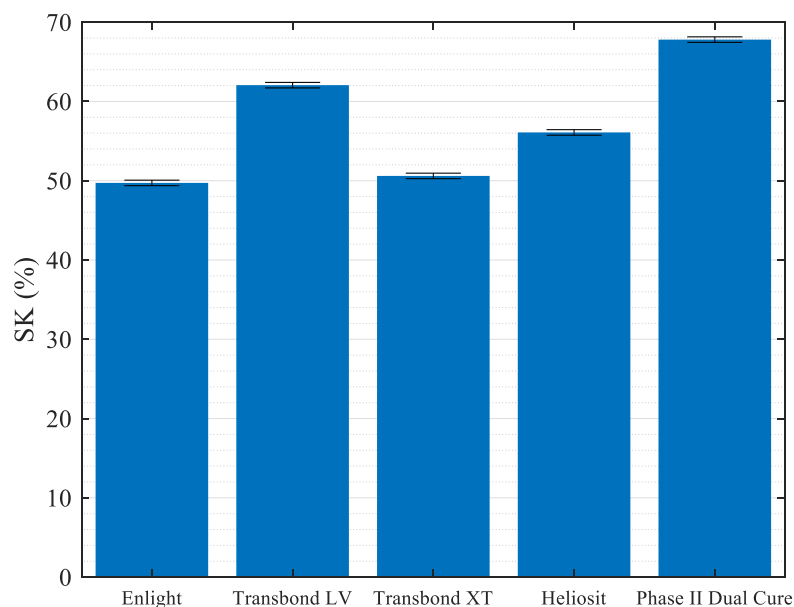
U skupini s metalnom bravicom (MB) vrijednosti stupnja konverzije statistički se značajno razlikuju među svim materijalima u svim promatranim točkama mjerenja, osim u 10. minuti gdje su vrijednosti za Transbond XT i Enlight statistički slične (slike 30, 31, 32).



Slika 30: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u MB skupini u 2. minuti mjerenja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



Slika 31: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u MB skupini u 6. minuti mjerenja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



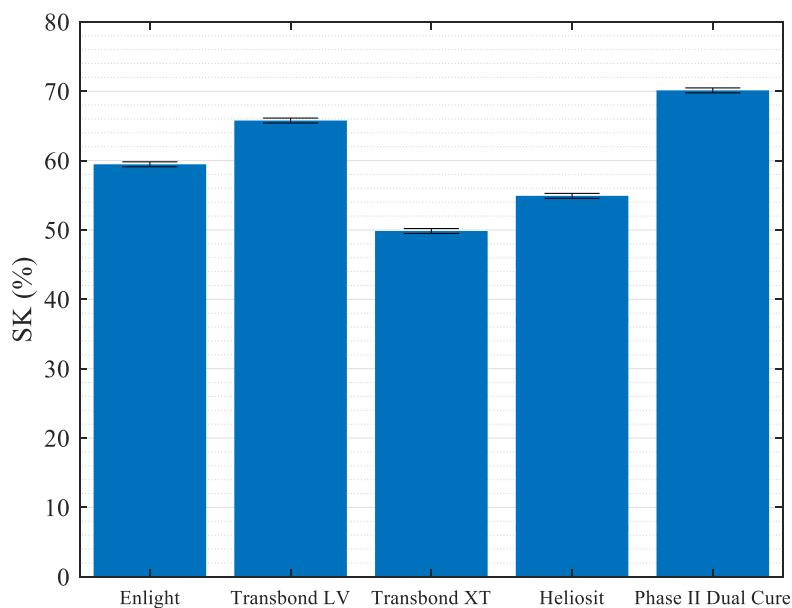
Slika 32: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u MB skupini u 10. minuti mjerenja. Vrijednosti za Enlight i Transbond XT statistički su slične.

Najniže vrijednosti SK zabilježene su kod materijala Enlight u svim promatranim točkama mjerenja ( $SK_{2 \text{ min}} 43,9 \%$ ,  $SK_{6 \text{ min}} 47,6 \%$ ,  $SK_{10 \text{ min}} 49,7 \%$ ), a najviše kod materijala Phase II Dual Cure ( $SK_{2 \text{ min}} 58,3 \%$ ,  $SK_{6 \text{ min}} 64,7 \%$ ,  $SK_{10 \text{ min}} 67,8 \%$ ). Poredak materijala od najniže

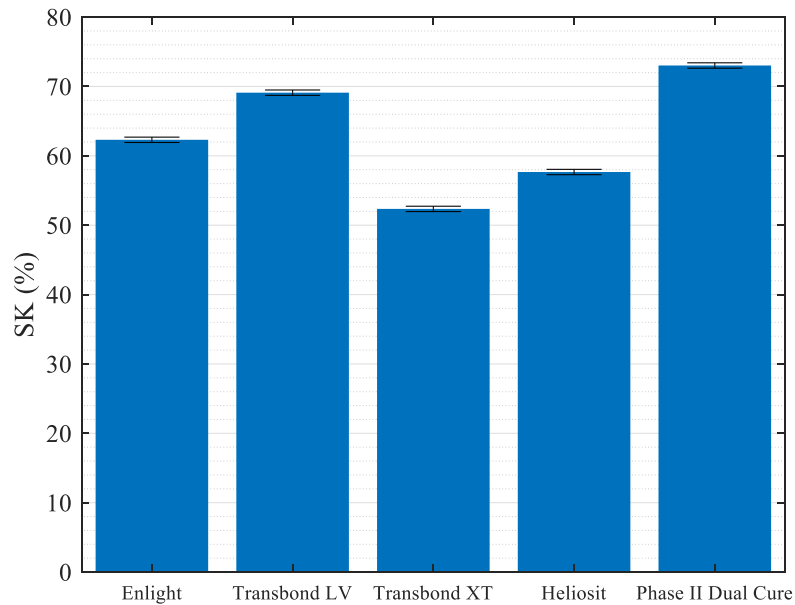
vrijednosti SK do najviše ne mijenja se u promatranim točkama mjerenja (Enlight < Transbond XT < Heliosit < Transbond LV < Phase II Dual Cure). U toj skupini zabilježena je najveća razlika u vrijednosti stupnja konverzije između 2. i 10. minute mjerenja za sve materijale. Materijal s najvećim iznosom razlike je Phase II Dual Cure (9,5 %), a s najmanjim Transbond XT (4,3 %).

#### 4.1.3.3. Skupina s keramičkom bravicom

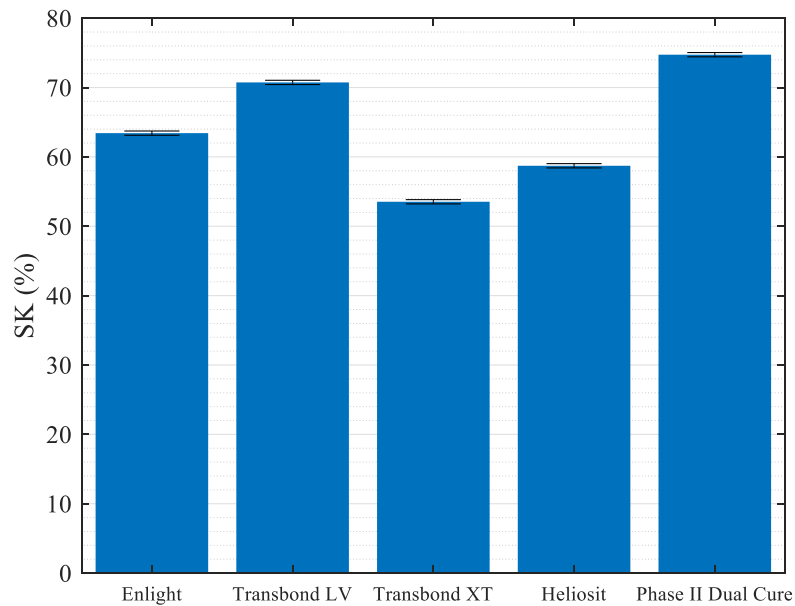
U skupini s keramičkom bravicom (KB) vrijednosti stupnja konverzije statistički se značajno razlikuju među materijalima u svim promatranim točkama mjerenja (slike 33, 34, 35).



Slika 33: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u KB skupini u 2. minuti mjerenja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



Slika 34: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u KB skupini u 6. minuti mjerenja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



Slika 35: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u KB skupini u 10. minuti mjerenja. Postoji značajna razlika među svim materijalima.

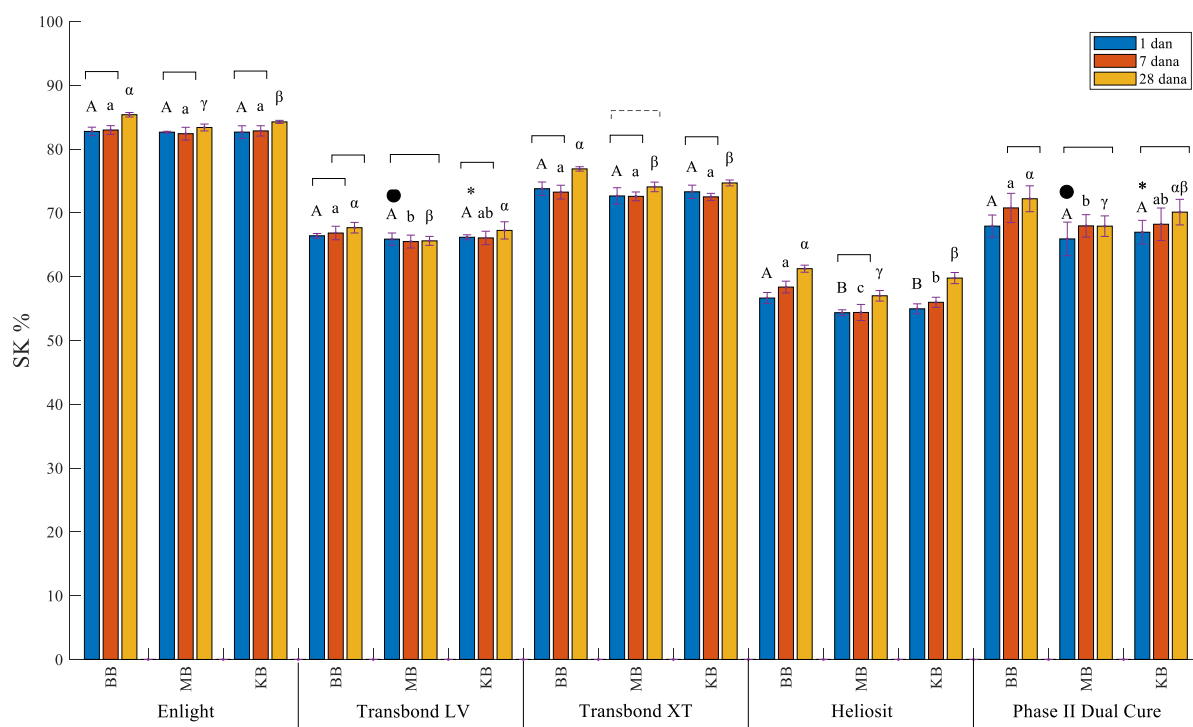
Najniže vrijednosti stupnja konverzije u svim promatranim točkama mjerenja zabilježene su kod materijala Transbond XT ( $SK_{2 \text{ min}} 49,8 \%$ ,  $SK_{6 \text{ min}} 52,3 \%$ ,  $SK_{10 \text{ min}} 53,5 \%$ ), a najviše kod materijala Phase II Dual Cure ( $SK_{2 \text{ min}} 70,1 \%$ ,  $SK_{6 \text{ min}} 73,0 \%$ ,  $SK_{10 \text{ min}} 74,7 \%$ ). Poredak

materijala od najniže vrijednosti SK do najviše ne mijenja se u promatranim točkama mjerenja (Transbond XT < Heliosit < Enlight < Transbond LV < Phase II Dual Cure) i isti je kao poredak u kontrolnoj skupini. Najveća razlika u SK između 2. i 10. minute mjerenja zabilježena je kod materijala Transbond LV (4,9 %), a najmanja kod materijala Transbond XT (3,7 %).

## 4.2. Naknadna polimerizacija

### 4.2.1. Usporedba dugoročnih vrijednosti stupnja konverzije između skupina i vremenskih točaka mjerenja

Vrijednosti stupnja konverzije (srednje vrijednosti i standardne devijacije) nakon 1 dan, 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja za sve materijale i skupine prikazani su na Slici 36.



Slika 36: Srednje vrijednosti stupnja konverzije (srednje vrijednosti i standardne devijacije) 1 dan, 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja za sve materijale i skupine. SK: stupanj konverzije; BB – skupina bez bravice, kontrolna skupina; MB – skupina s metalnom bravicom; KB – skupina s keramičkom bravicom. Velika slova označuju statistički slične vrijednosti 1 dan nakon osvjetljavanja za pojedini materijal među skupinama, mala slova 7 dana nakon osvjetljavanja, a grčka slova 28 dana nakon osvjetljavanja. Uglatim zagradama povezane su statistički slične vrijednosti među vremenskim točkama za pojedini materijal unutar skupine. Statistički slične vrijednosti za pojedine materijale u istoj vremenskoj točki unutar skupine označene su točkom (●) za MB skupinu i zvjezdicom (\*) za KB skupinu.

Vrijednosti SK prikazane na Slici 36 izmjerene su u rasponu od 54,3 % (SK<sub>1 d</sub> Heliosit, MB) do 85,3 % (SK<sub>28 d</sub> Enlight, BB).

Sedam dana nakon osvjetljavanja statistički značajan porast vrijednosti SK zabilježen je kod materijala Heliosit (1,7 %) i Phase II Dual Cure (2,8 %) u kontrolnoj skupini te kod materijala

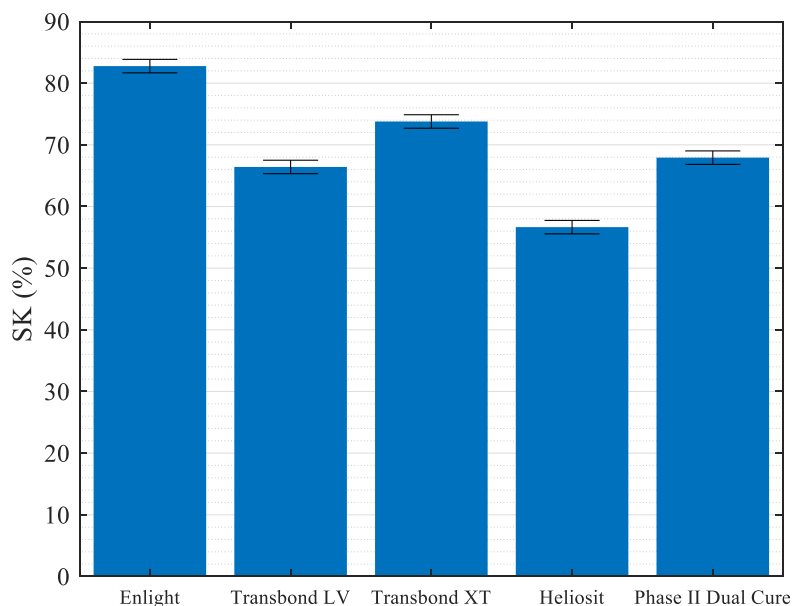
Heliosit u KB skupini (1,0 %). Vrijednosti SK u skupini MB statistički su značajno niže u odnosu na kontrolnu skupinu (1,3 % – 3,9 %) kod materijala Transbond LV, Heliosit i Phase II Dual Cure.

Dvadeset i osam dana nakon osvjetljavanja zabilježen je statistički značajan porast vrijednosti SK u odnosu na jedan dan nakon osvjetljavanja (0,7 % (Enlight, MB) – 4,8 % (Heliosit, KB)) kod većine materijala u svim skupinama, osim kod Transbond LV i Phase II Dual Cure koji takav porast pokazuju samo u kontrolnoj skupini. Vrijednosti SK u skupini MB statistički su značajno niže od kontrolne skupine (2,0 % – 4,3 %) te od skupine KB (0,8 % – 2,2 %) kod materijala Enlight, Transbond LV i Heliosit.

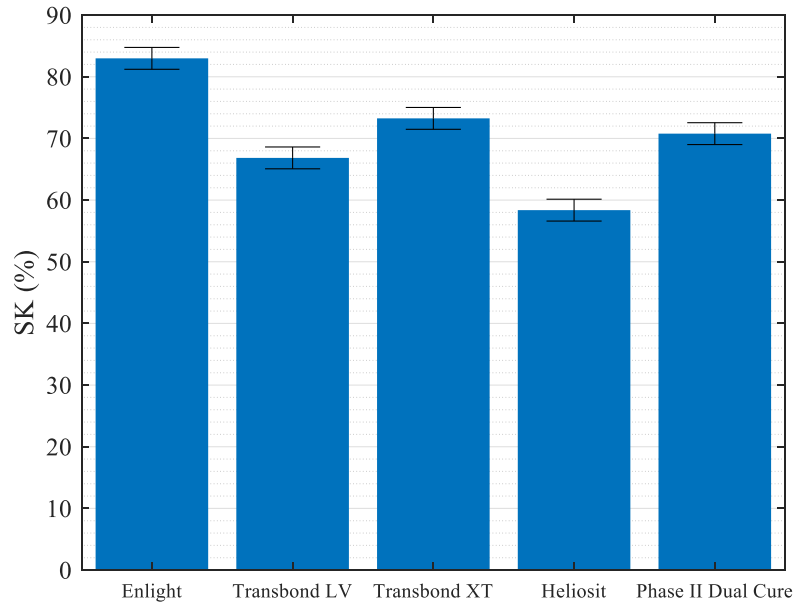
#### 4.2.2. Usporedba dugoročnih vrijednosti SK među materijalima unutar skupine u pojedinim vremenskim točkama

##### 4.2.2.1. Kontrolna skupina

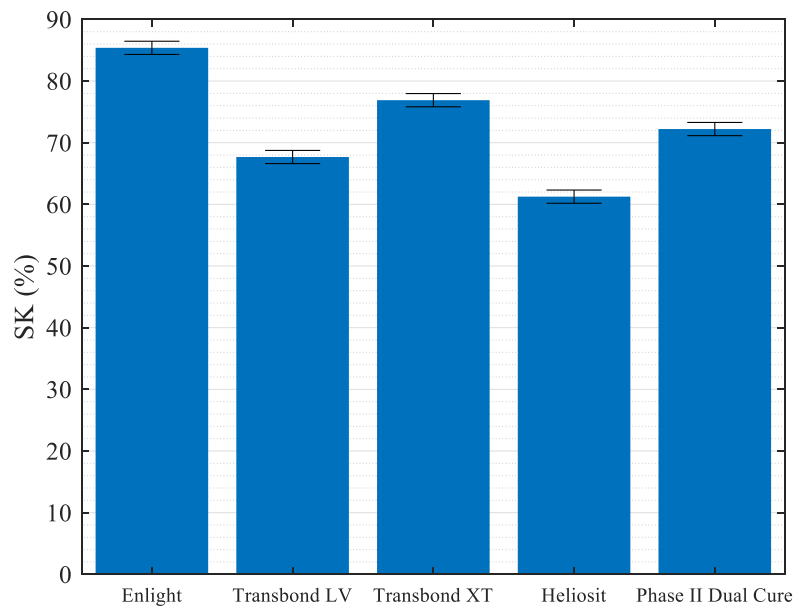
U kontrolnoj skupini vrijednosti SK statistički se značajno razlikuju među materijalima nakon 1 dan, 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja (slike 37, 38, 39).



Slika 37: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima 1 dan nakon osvjetljavanja u kontrolnoj skupini. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



Slika 38: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima 7 dana nakon osvjetljavanja u kontrolnoj skupini. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



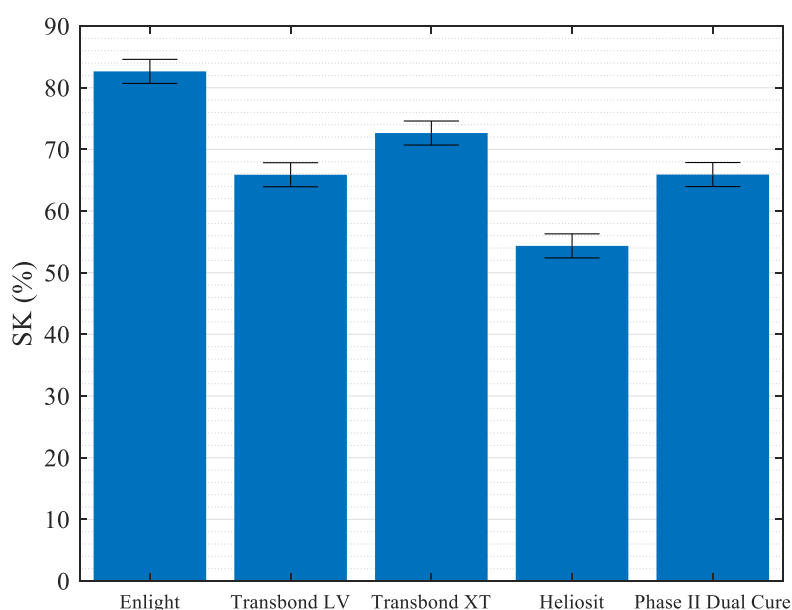
Slika 39: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima 28 dana nakon osvjetljavanja u kontrolnoj skupini. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



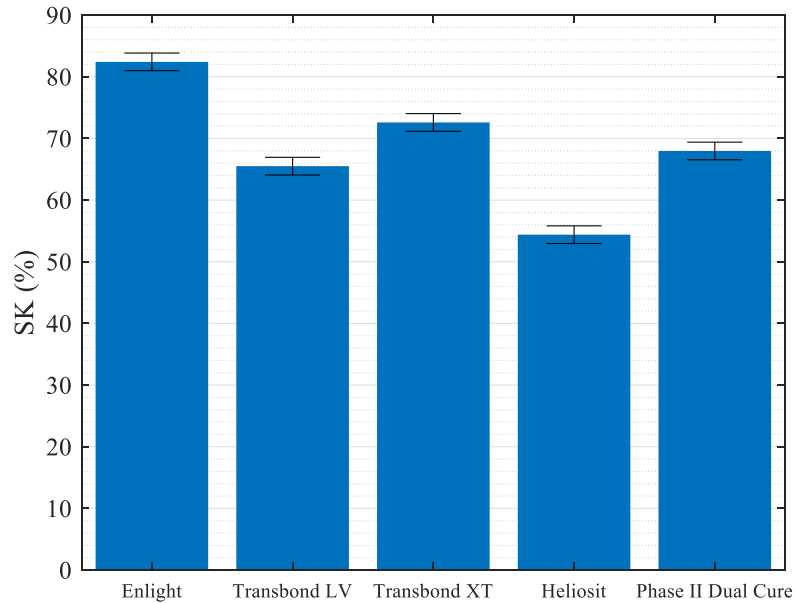
Najniže vrijednosti SK u svim promatranim točkama mjerenja zabilježene su kod materijala Heliosit ( $SK_{1\text{ d}}$  56,6 %,  $SK_{7\text{ d}}$  58,3 %,  $SK_{28\text{ d}}$  61,2 %), a najviše kod materijala Enlight ( $SK_{1\text{ d}}$  82,7 %,  $SK_{7\text{ d}}$  82,9 %,  $SK_{28\text{ d}}$  85,3 %). Poredak materijala od najniže vrijednosti SK do najviše ne mijenja se u promatranim točkama mjerenja (Heliosit < Transbond LV < Phase II Dual Cure < Transbond XT < Enlight).

#### 4.2.2.2. Skupina s metalnom bravicom

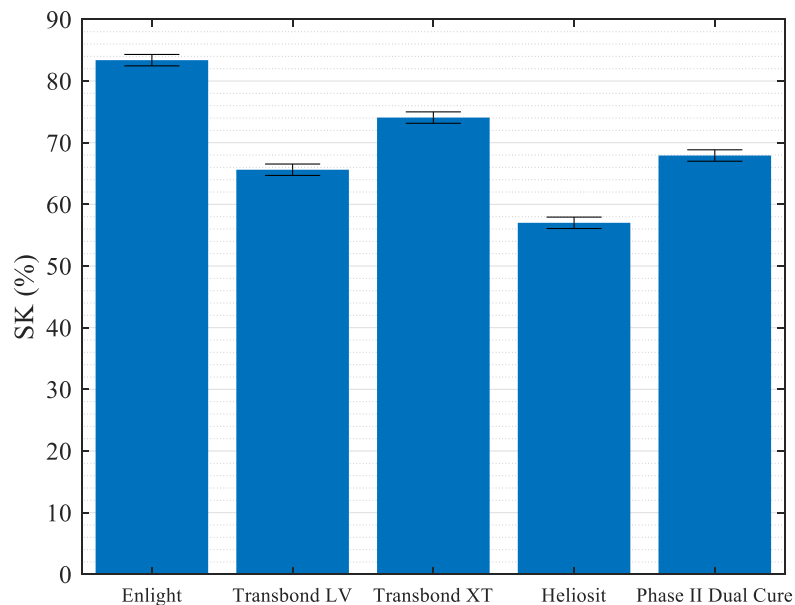
U MB skupini vrijednosti SK statistički se značajno razlikuju među svim materijalima 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja, dok su nakon jednog dana vrijednosti za Transbond LV i Phase II Dual Cure statistički slične (slike 40, 41, 42).



Slika 40: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u MB skupini 1 dan nakon osvjetljavanja. Vrijednosti SK kod materijala Transbond LV i Phase II Dual Cure statistički su slične.



Slika 41: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u MB skupini 7 dana nakon osvjetljavanja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



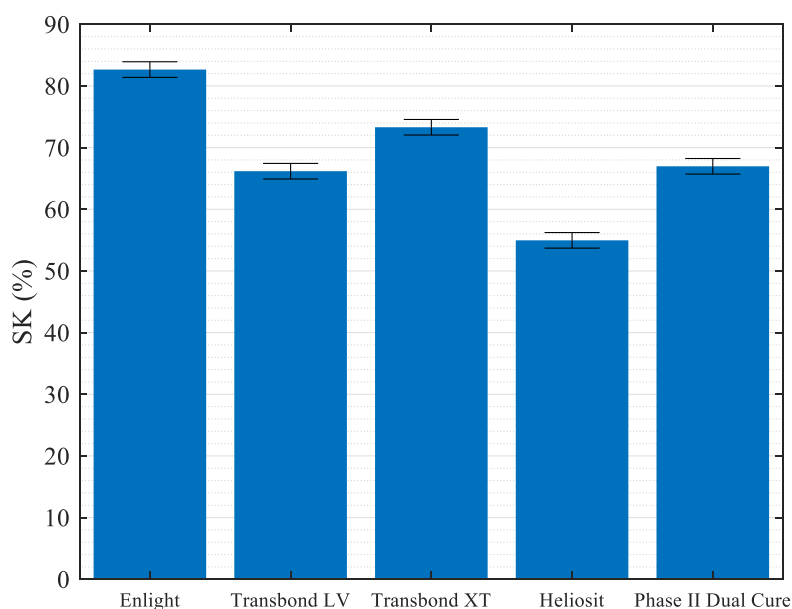
Slika 42: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u MB skupini 28 dana nakon osvjetljavanja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.

Najniže vrijednosti SK zabilježene su kod materijala Heliosit u svim promatranim točkama mjerenja (SK<sub>1 d</sub> 54,3 %, SK<sub>7 d</sub> 54,3 %, SK<sub>28 d</sub> 57,0 %), a najviše kod materijala Enlight (SK<sub>1 d</sub>

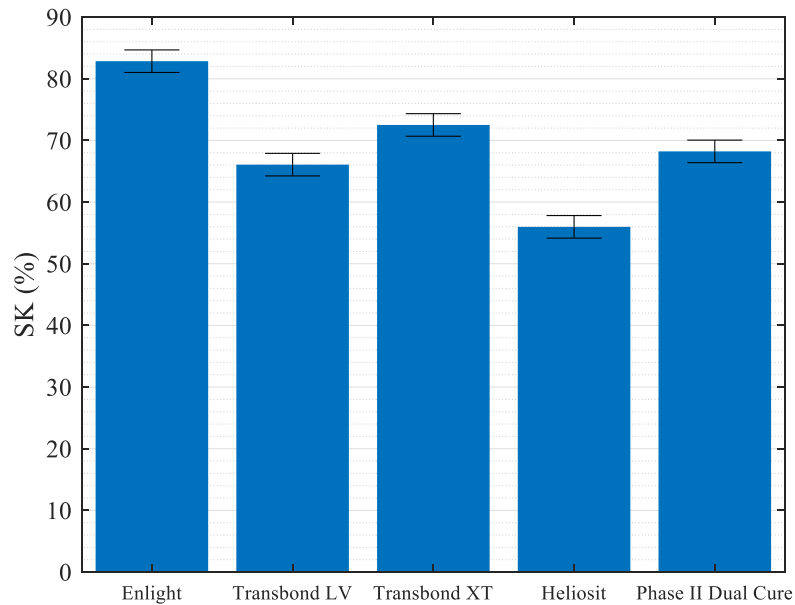
82,6 %,  $SK_{7d}$  82,4 %,  $SK_{28d}$  83,2 %). Poredak materijala od najniže vrijednosti SK do najviše ne mijenja se 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja (Heliosit < Transbond LV < Phase II Dual Cure < Transbond XT < Enlight) i isti je kao u kontrolnoj skupini. Jedan dan nakon osvjetljavanja poredak je sličan, osim za materijale Transbond LV i Phase II Dual Cure koji imaju statistički slične vrijednosti (Heliosit < Transbond LV ~ Phase II Dual Cure < Transbond XT < Enlight).

#### 4.2.2.3. Skupina s keramičkom bravicom

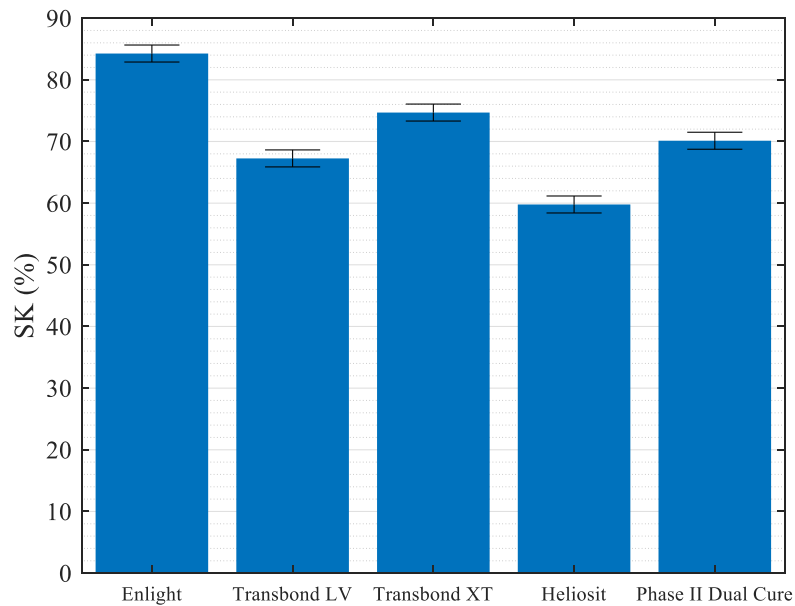
U KB skupini vrijednosti SK statistički se značajno razlikuju među svim materijalima 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja, dok su nakon jednog dana vrijednosti za Transbond LV i Phase II Dual Cure statistički slične (slike 43, 44, 45).



Slika 43: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u KB skupini 1 dan nakon osvjetljavanja. Vrijednosti SK materijala Transbond LV i Phase II Dual Cure statistički su slične.



Slika 44: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u KB skupini 7 dana nakon osvjetljavanja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.



Slika 45: Usporedba vrijednosti stupnja konverzije (SK %) među materijalima u KB skupini 28 dana nakon osvjetljavanja. Postoji statistički značajna razlika među svim materijalima.

Najniže vrijednosti SK zabilježene su kod materijala Heliosit u svim promatranim točkama mjerenja (SK<sub>1 d</sub> 54,9 %, SK<sub>7 d</sub> 55,9 %, SK<sub>28 d</sub> 59,7 %), a najviše kod materijala Enlight (SK<sub>1 d</sub> 82,6 %, SK<sub>7 d</sub> 82,8 %, SK<sub>28 d</sub> 84,2 %). Poredak materijala od najniže vrijednosti SK do najviše

ne mijenja se 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja (Heliosit < Transbond LV < Phase II Dual Cure < Transbond XT < Enlight) i isti je kao u kontrolnoj skupini i skupini MB. Jedan dan nakon osvjetljavanja poredak je sličan, osim za materijal Transbond LV i Phase II Dual Cure koji imaju slične vrijednosti (Heliosit < Transbond LV ~ Phase II Dual Cure < Transbond XT < Enlight) kao i u skupini MB.

Vrijednosti SK statistički se značajno razlikuju među skupinama 28 dana nakon osvjetljavanja kod većine materijala (Tablica 2), pri čemu su vrijednosti u skupini BB najviše (Enlight 85,3 %), a vrijednosti u MB skupini najniže (Heliosit 57,0 %). Jedan dan nakon osvjetljavanja samo Heliosit pokazuje značajnu razliku među skupinama. Kod materijala Transbond LV i Phase II Dual Cure vrijednosti SK skupine BB i KB statistički su slične 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja.

Tablica 2: Usporedba vrijednosti SK među skupinama za pojedini materijal ovisno o vremenu mjerenja

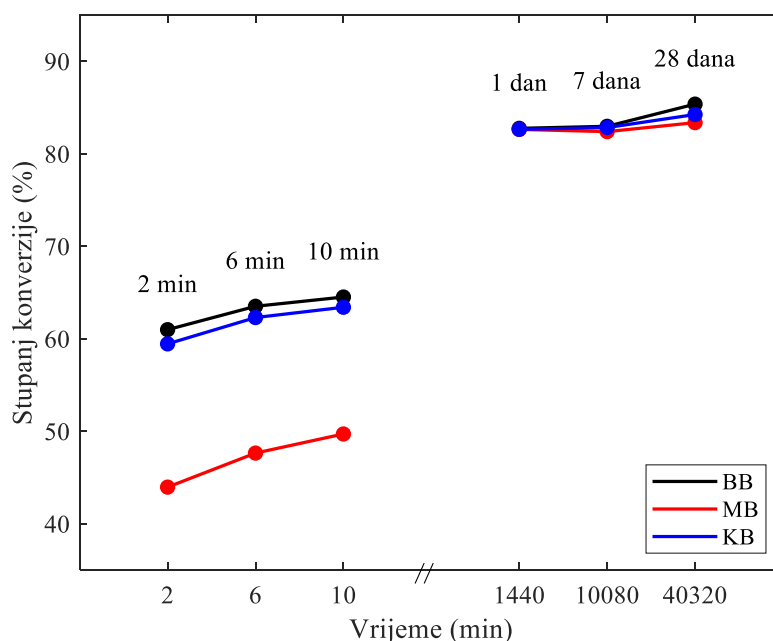
| Materijal          | 1 dan        | 7 dana                   | 28 dana                  |
|--------------------|--------------|--------------------------|--------------------------|
| Enlight            | –            | –                        | BB > KB > MB             |
| Transbond LV       | –            | BB ~ KB ~ MB;<br>BB > MB | BB ~ KB > MB             |
| Transbond XT       | –            | –                        | BB > KB ~ MB             |
| Heliosit           | BB > KB > MB | BB > KB > MB             | BB > KB > MB             |
| Phase II Dual Cure | –            | BB ~ KB ~ MB;<br>BB > MB | BB ~ KB ~ MB;<br>BB > MB |

BB – kontrolna skupina, bez bravice; MB – skupina s metalnom bravicom, KB – skupina s keramičkom bravicom

### 4.3. Usporedba kratkoročnih i dugoročnih vrijednosti stupnja konverzije

Na slikama od 46 do 50 prikazana je usporedba dobivenih kratkoročnih i dugoročnih vrijednosti SK za sve testirane materijale tijekom zadanih vremenskih točaka mjerenja.

#### ENLIGHT



Slika 46: Usporedba kratkoročnih i dugoročnih vrijednosti SK za materijal Enlight. Os x sadrži prekid u sredini.

Kratkoročne vrijednosti SK iznosile su:

- kontrolna skupina (BB): 60,9 % 2 min, 63,5 % 6 min, 64,5 % 10 min
- MB skupina: 43,9 % 2 min, 47,6 % 6 min, 49,7 % 10 min
- KB skupina: 59,4 % 2 min, 62,3 % 6 min, 63,4 % 10 min.

Postoji statistički značajna razlika u stupnju konverzije među svim skupinama u svim promatranim točkama mjerenja, pri čemu je najviša vrijednost zabilježena u skupini BB, nakon toga u skupini KB, a najniže vrijednosti zabilježene su u skupini MB.

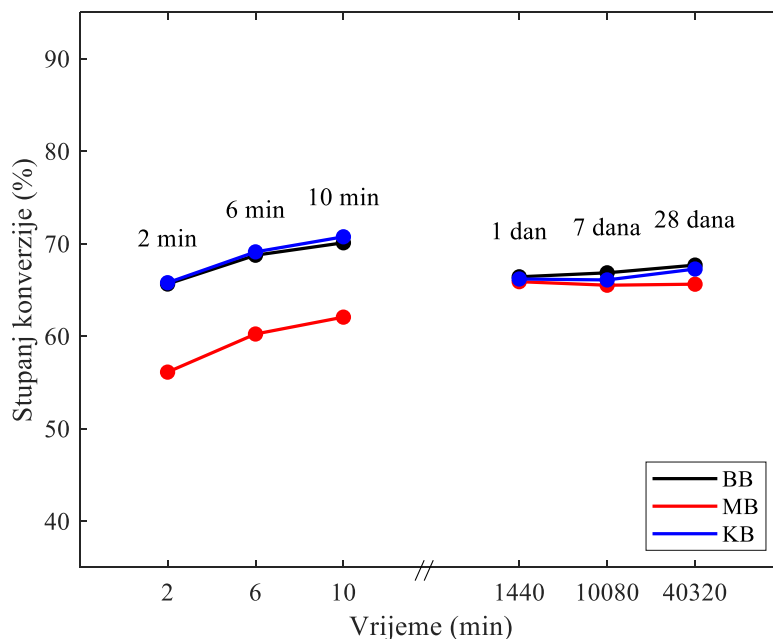
Dugoročne vrijednosti SK iznosile su:

- kontrolna skupina (BB): 82,7 % 1 d, 82,9 % 7 d, 85,3 % 28 d
- MB skupina: 82,6 % 1 d, 82,4 % 7 d, 83,3 % 28 d
- KB skupina: 82,6 % 1 d, 82,8 % 7 d, 84,2 % 28 d.

Vrijednosti SK statistički su značajno više 28 dana nakon osvjetljavanja u svim trima skupinama u odnosu na vrijednosti zabilježene nakon jednog dana i sedam dana, pri čemu su

vrijednosti u skupini BB najviše (SK<sub>28 d</sub> 85,3 %), a najniže u skupini MB (SK<sub>28 d</sub> 83,3 %). Sedam dana nakon osvjetljavanja nije zabilježen statistički značajan porast vrijednosti SK u svim trima skupinama.

## TRANSBOND LV



Slika 47: Usporedba kratkoročnih i dugoročnih vrijednosti SK za materijal Transbond LV. Os x sadrži prekid u sredini.

Kratkoročne vrijednosti SK iznosile su:

- kontrolna skupina (BB): 65,6 %<sub>2 min</sub>, 68,7 %<sub>6 min</sub>, 70,0 %<sub>10 min</sub>
- MB skupina: 56,1 %<sub>2 min</sub>, 60,2 %<sub>6 min</sub>, 62,0 %<sub>10 min</sub>
- KB skupina: 65,7 %<sub>2 min</sub>, 69,1 %<sub>6 min</sub>, 70,7 %<sub>10 min</sub>.

Postoji statistička značajna razlika u vrijednosti SK u svim promatranim točkama mjerenja u skupini MB u odnosu na BB i KB skupinu, pri čemu su više vrijednosti zabilježene u tim skupinama. Vrijednosti SK u BB i KB skupini statistički su slične.

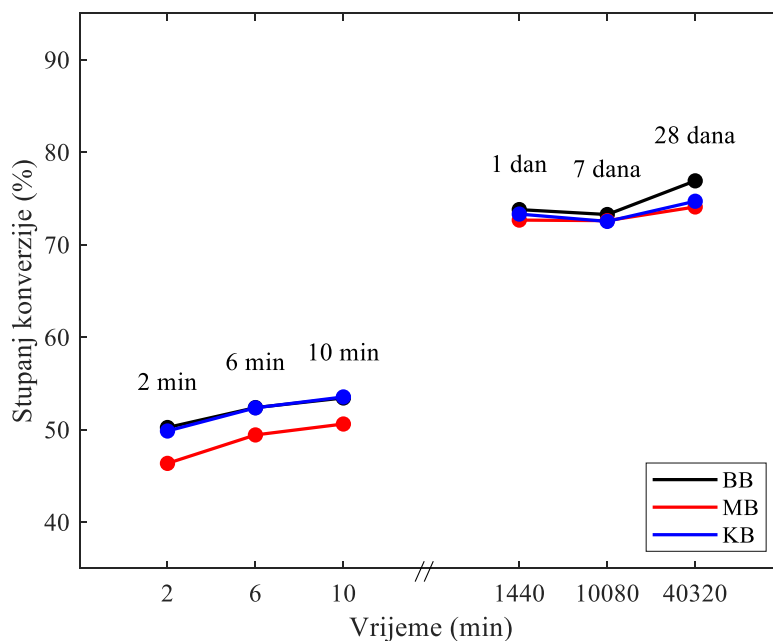
Dugoročne vrijednosti SK iznosile su:

- kontrolna skupina (BB): 66,4 %<sub>1 d</sub>, 66,8 %<sub>7 d</sub>, 67,6 %<sub>28 d</sub>
- MB skupina: 65,8 %<sub>1 d</sub>, 65,5 %<sub>7 d</sub>, 65,6 %<sub>28 d</sub>
- KB skupina: 66,1 %<sub>1 d</sub>, 66,0 %<sub>7 d</sub>, 67,2 %<sub>28 d</sub>.

Vrijednosti SK statistički su značajno više 28 dana nakon osvjetljavanja u skupini BB (SK<sub>28 d</sub> 67,6 %) u odnosu na vrijednosti zabilježene nakon jednog dana. Sedam dana nakon

osvjetljavanja vrijednosti SK u BB skupini ( $SK_{7d}$  66,8 %) više su od vrijednosti MB skupine ( $SK_{7d}$  65,5 %), dok su vrijednosti SK KB skupine statistički slične skupinama BB i MB. Dvadeset osam dana nakon osvjetljavanja vrijednosti SK skupina BB i KB statistički su slične i više su od vrijednosti SK MB skupine.

## TRANSBOND XT



Slika 48: Usporedba kratkoročnih i dugoročnih vrijednosti SK za materijal Transbond XT. Os x sadrži prekid u sredini.

Kratkoročne vrijednosti SK iznosile su:

- kontrolna skupina (BB): 50,2 % 2 min, 52,3 % 6 min, 53,4 % 10 min
- MB skupina: 46,3 % 2 min, 49,4 % 6 min, 50,6 % 10 min
- KB skupina: 49,8 % 2 min, 52,35 % 6 min, 53,5 % 10 min.

Postoji statistička značajna razlika u stupnju konverzije u svim promatranim točkama mjerenja između skupina BB i MB te KB i MB, pri čemu su više vrijednosti zabilježene u skupinama BB i KB.

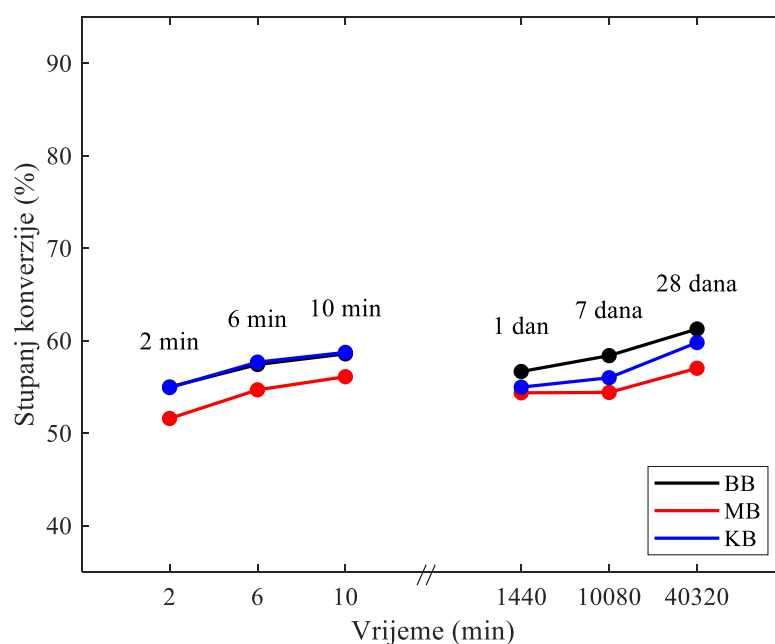
Dugoročne vrijednosti SK iznosile su:

- kontrolna skupina (BB): 73,7 % 1 d, 73,2 % 7 d, 76,8 % 28 d
- MB skupina: 72,6 % 1 d, 72,5 % 7 d, 74,0 % 28 d
- KB skupina: 73,3 % 1 d, 72,5 % 7 d, 74,6 % 28 d.



Vrijednosti SK statistički su značajno više 28 dana nakon osvjetljavanja u skupini BB ( $SK_{28 d}$  76,8 %) i KB ( $SK_{28 d}$  74,6 %) u odnosu na vrijednosti zabilježene nakon 1 dan i 7 dana. U skupini MB zabilježen je značajan porast vrijednosti SK 28 dana nakon osvjetljavanja u odnosu na sedmi dan ( $SK_{28 d}$  74,0 %). Dvadeset osam dana nakon osvjetljavanja statistički značajna razlika postoji između skupine BB i skupina MB i KB, pri čemu su vrijednosti u kontrolnoj skupini više.

## HELIOSIT



Slika 49: Usporedba kratkoročnih i dugoročnih vrijednosti SK za materijal Heliosit. Os x sadrži prekid u sredini.

Kratkoročne vrijednosti SK iznosile su:

- BB skupina: 54,9 % 2 min, 57,4 % 6 min, 58,5 % 10 min
- MB skupina: 51,5 % 2 min, 54,6 % 6 min, 56,0 % 10 min
- KB skupina: 54,9 % 2 min, 57,6 % 6 min, 58,7 % 10 min.

Postoji statistički značajna razlika u stupnju konverzije u svim promatranim točkama mjerenja između skupina BB i MB te KB i MB, pri čemu su više vrijednosti zabilježene u skupinama BB i KB.

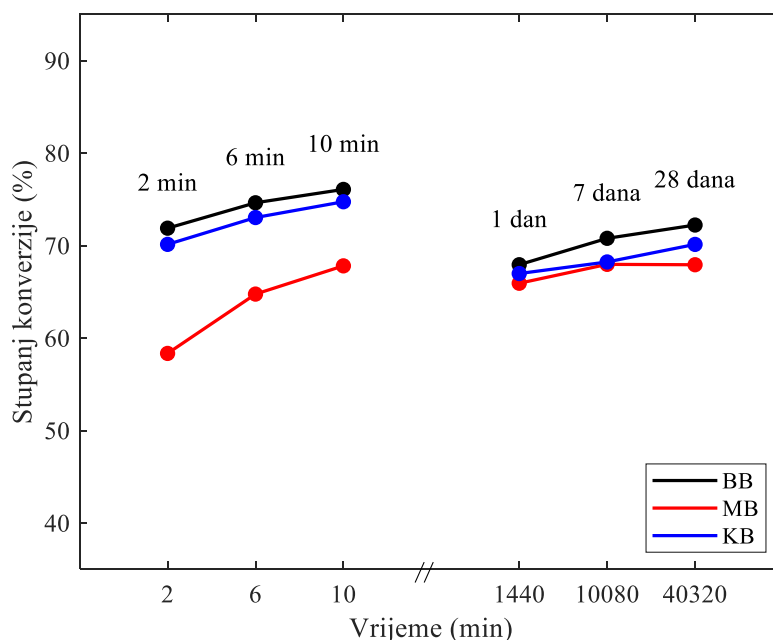
Dugoročne vrijednosti SK iznosile su:

- BB skupina: 56,6 % 1 d, 58,3 % 7 d, 61,2 % 28 d
- MB skupina: 54,3 % 1 d, 54,3 % 7 d, 57,0 % 28 d

c) KB skupina: 54,9 %<sub>1 d</sub>, 55,9 %<sub>7 d</sub>, 59,7 %<sub>28 d</sub>.

Vrijednosti SK statistički su značajno više 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja u skupini BB (SK<sub>7 d</sub> 58,3 %, SK<sub>28 d</sub> 61,2 %) i KB (SK<sub>7 d</sub> 55,9 %, SK<sub>28 d</sub> 59,7 %) u odnosu na vrijednosti zabilježene nakon jednog dana. U MB skupini zabilježen je porast SK 28 dana nakon osvjetljavanja u odnosu na vrijednosti nakon 1 dan i 7 dana nakon osvjetljavanja. Nakon jednog dana vrijednosti SK više su u skupini BB, dok su vrijednosti SK u skupini MB i KB statistički slične. Sedam dana i 28 dana nakon osvjetljavanja postoji razlika u SK u svim trima skupinama, pri čemu su vrijednosti SK najviše u skupini BB, a najniže u skupini MB.

## PHASE II DUAL CURE



Slika 50: Usporedba kratkoročnih i dugoročnih vrijednosti SK za materijal Phase II Dual Cure. Os x sadži prekid u sredini.

Kratkoročne vrijednosti SK iznosile su:

- BB skupina: 71,8 %<sub>2 min</sub>, 74,6 %<sub>6 min</sub>, 76,1 %<sub>10 min</sub>
- MB skupina: 58,3 %<sub>2 min</sub>, 64,7 %<sub>6 min</sub>, 67,8 %<sub>10 min</sub>
- KB skupina: 70,1 %<sub>2 min</sub>, 73,0 %<sub>6 min</sub>, 74,7 %<sub>10 min</sub>.

Postoji statistički značajna razlika u vrijednosti SK među svim skupinama u svim promatranim točkama mjerenja, pri čemu je najviša vrijednost zabilježena u skupini BB, nakon toga u skupini KB, a najniže vrijednosti zabilježene su u skupini MB.

Dugoročne vrijednosti SK iznosile su:

- a) BB skupina: 67,9 %<sub>1 d</sub>, 70,7 %<sub>7 d</sub>, 72,2 %<sub>28 d</sub>
- b) MB skupina: 65,9 %<sub>1 d</sub>, 67,9 %<sub>7 d</sub>, 67,9 %<sub>28 d</sub>
- c) KB skupina: 66,9 %<sub>1 d</sub>, 68,2 %<sub>7 d</sub>, 70,1 %<sub>28 d</sub>.

Vrijednosti SK statistički su značajno više 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja u skupini BB u odnosu na vrijednosti zabilježene nakon jednog dana. U drugim skupinama nije zabilježen porast vrijednosti SK nakon određenog vremena. Vrijednosti SK 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja više su u skupini BB u odnosu na MB skupinu, dok su vrijednosti SK u skupini KB slične vrijednostima BB i MB skupine.

U odnosu na vrijednosti SK izmjerene u 10. minuti mjerenja polimerizacijske kinetike, Transbond XT i Enlight pokazuju veliki porast vrijednosti SK (19,2 % – 32,9 %) u svim skupinama jedan dan nakon osvjetljavanja, Transbond LV pokazuje mali porast samo u skupini MB (3,8 %), a Heliosit pokazuje mali porast vrijednosti SK 28 dana nakon osvjetljavanja (1,0 % – 2,7 %) u svim skupinama.

## **5. RASPRAVA**

Uspjeh ortodontske terapije ovisi o preciznom lijepljenju bravica na površinu zuba, a retencija ortodontskih bravica na površinu zubne cakline ovisi o SK adhezijskog sustava koji se koristi za lijepljenje (31).

Svrha ovog istraživanja bila je procijeniti utjecaj materijala ortodontskih bravica na polimerizacijsku kinetiku i stupanj konverzije pet različitih ortodontskih adhezijskih sustava. Za određivanje polimerizacijske kinetike i kratkoročnih vrijednosti SK izvršeno je kontinuirano mjerenje u trajanju od 10 minuta od aktivacije uređaja za polimerizaciju. Statistički značajan utjecaj materijala bravice i adhezijskog sustava pokazan je za većinu ispitivanih materijala u svim skupinama, osim u KB skupini u kojoj su vrijednosti za Enlight i Phase II Dual Cure statistički slične vrijednostima kontrolne skupine. Za određivanje naknadne polimerizacije mjerenja su izvršena 1 dan, 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja uzoraka. Statistički značajan porast vrijednosti SK 28 dana nakon polimerizacije pokazan je za većinu testiranih materijala u svim skupinama, osim za Phase II Dual Cure i Transbond LV koji su takav porast pokazali jedino u kontrolnoj skupini. Svi materijali u MB skupini imali su statistički značajno niže vrijednosti SK 28 dana nakon osvjetljavanja u usporedbi s kontrolnom skupinom, dok su u KB skupini značajno niže vrijednosti imali Enlight, Transbond XT i Heliosit. Stoga je hipoteza djelomično prihvaćena, ovisno o testiranoj kombinaciji bravice i adhezijskog sustava te vremenu mjerenja.

### **5.1. Naknadna polimerizacija ortodontskih adhezijskih sustava**

Kratkoročne vrijednosti SK (2 – 10 min) dobivene mjerenjem polimerizacijske kinetike varirale su od 43,9 % do 76,1 %, dok su vrijednosti naknadne polimerizacije varirale između 54,3 % i 85,3 %. Takvi rezultati pokazuju da vrijednosti SK rastu tijekom vremena zbog neprekidne naknadne polimerizacije materijala. Tijekom inicijalne faze polimerizacijske reakcije dolazi do naglog porasta viskoznosti reaktivnog medija što uzrokuje nagli pad brzine reakcije (14, 48), iako postoji još mnogo neizreagiranih molekula monomera i slobodnih radikala (49). Naknadna polimerizacija se nastavlja, sve sporije tijekom vremena, sve dok stalni porast viskoznosti u potpunosti ne zaustavi preostale reaktivne molekule. Time se polimerizacijska reakcija zaustavlja i prije nego što su svi slobodni radikali i metakrilatni monomeri potrošeni (22), a vrijednosti SK nikada ne dosežu 100 %.

## 5.2. Rangiranje materijala ovisno o utvrđenoj vrijednosti stupnja konverzije

Mjerenjem polimerizacijske kinetike utvrđeni poredak materijala od najniže vrijednosti SK do najviše u kontrolnoj skupini i KB skupini bio je: Transbond XT < Heliosit < Enlight < Transbond LV < Phase II Dual Cure u svim vremenskim točkama, dok je u MB skupini bio: Enlight < Transbond XT < Heliosit < Transbond LV < Phase II Dual Cure u drugoj i šestoj minuti mjerenja, a u desetoj minuti: Enlight ~ Transbond XT < Heliosit < Transbond LV < Phase II Dual Cure. Poredak materijala od najniže dugoročne vrijednosti SK do najviše mjerenjem naknadne polimerizacije bio je: Heliosit < Transbond LV < Phase II Dual Cure < Transbond XT < Enlight u svim skupinama i vremenskim točkama mjerenja, osim u MB i KB skupini 1 dan nakon osvjetljavanja u kojoj je bio: Heliosit < Transbond LV ~ Phase II Dual Cure < Transbond XT < Enlight. U sveukupnom rangiranju materijala, kod obaju mjerenja, većinom nema preklapanja među materijalima. Materijal koji ima najnižu vrijednosti SK u 2. minuti mjerenja ili 1 dan nakon osvjetljavanja, zadržava tu vrijednost u svakom trenutku mjerenja. Takvo rangiranje i razlike u vrijednostima SK među testiranim materijalima mogu se pripisati varijacijama u njihovom sastavu. S obzirom na to da proizvođači ne otkrivaju točan sastav materijala (32), nemoguće je odrediti koja bi to sastavnica materijala bila odgovorna za dobiveni rezultat (4, 32). Priprema uzoraka za mjerenje SK također može utjecati na dobivene vrijednosti, time se otežava usporedba rezultata među sličnim istraživanjima (13). Kako bi se eliminirao utjecaj ambijentalnih uvjeta (temperatura prostorije, vlaga zraka, količina svjetla) na mjerenje, u ovom istraživanju pripremanje je uzoraka randomizirano (nasumično se kombinirala izrada uzoraka iz pojedinih skupina i vremenska mjerenja). Mjerenje naknadne polimerizacije nepreciznije je od mjerenja polimerizacijske kinetike jer priprema uzorka zahtijeva mnogo veću manipulaciju materijalima. Tijekom pohranjivanja uzoraka u kutije za pohranu u inkubatoru, bilo je potrebno osigurati da se uzorci međusobno ne dodiruju. U slučaju dodirivanja, rezidualnim monomerom s rubova uzorka može se kontaminirati površina uzorka što može dati lažno snižene rezultate. Također, potrebno je ostvariti dobar kontakt između površine uzorka i ATR kristala da se smanji šum u mjerenju. Kontakt se ostvaruje pritiskivanjem uzorka uz ATR kristal i dovodi do utiskivanja metalnog ruba oko kristala u prethodno polimerizirani uzorak, to rezultira trajnom površinskom deformacijom i onemogućava primjenu istog uzorka za buduća naknadna mjerenja. Mjerenje naknadne polimerizacije zbog toga je zahtijevalo izradu odvojenih uzoraka za svako pojedinačno vremensko mjerenje (1 dan, 7 dana i 28 dana) za sve skupine. Više manipulacije uzorcima i zahtjevnost u pravilnom namještanju prethodno polimeriziranog uzorka na ATR kristal

doprinosu većoj varijabilnosti među uzorcima i nepreciznosti mjerenja naknadne polimerizacije što također potencijalno utječe na dobivene vrijednosti SK. Time se mogu objasniti zašto neki materijali (Transbond LV i Phase II Dual Cure u BB i KB skupini) pokazuju veće kratkoročne vrijednosti SK u 10. minuti mjerenja od dugoročnih vrijednosti dobivenih mjerenjem 28 dana nakon osvjetljavanja. Također, neki materijali osjetljiviji su na manipulaciju, što je njihovo unutarnje svojstvo, i to isto može utjecati na dobivene vrijednosti SK.

### **5.3. Povezanost mehaničkih svojstava materijala i vrijednosti stupnja konverzije**

Prijašnjim istraživanjima utvrđeno je da vrijednosti SK utječu na mehanička svojstva materijala te kemijsku degradaciju i rastvaranje (50 – 52). Međutim, više vrijednosti SK nisu izravno povezane s boljim mehaničkim svojstvima, pogotovo ako se uspoređuju materijali različitog sastava. Na primjer, povećanje koncentracije niskoviskoznih, mobilnijih monomera može doprinijeti višim vrijednostima SK bez pozitivnog utjecaja na mehanička svojstva (34). Vrijednosti SK pokazuju samo postotak konvertiranih dvostrukih veza tijekom polimerizacije, a ne opisuju strukturu polimerne mreže. Općenito, brža polimerizacija potiče stvaranje više centara rasta polimernih lanaca što doprinosi boljoj umreženosti i boljim mehaničkim svojstvima. Sporijom polimerizacijom stvara se više linearnih lanaca s manje poprečnih veza čime je struktura mreže fleksibilnija (13). U istraživanju Carek i sur. (13) pokazano je da varijacije u parametrima osvjetljavanja mogu utjecati na savojnu snagu i modul materijala, međutim razlike u tim mehaničkim svojstvima nisu uvijek bile povezane s jednakim promjenama u vrijednostima SK. Razlike u vrijednostima SK ne znače nužno da je jedan materijal bolji od drugog. Stoga je puno vrjednije proučavati promjene vrijednosti SK jednog materijala mijenjajući druge parametre kao što su način i vrijeme osvjetljavanja ili prisutnost/odsutnost bravice jer to isključuje varijacije koje nastaju zbog različitog sastava materijala. Međutim, ni tad vrijednosti SK i makromehaničkih svojstava ne moraju biti izravno povezane (13).

### **5.4. Infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom s atenuiranom totalnom refleksijom kao metoda za određivanje stupnja konverzije**

Među različitim metodama kojima se određuje SK, najviše se rabi FTIR (1, 12, 20, 25, 32, 33). To je izravna metoda za kvantificiranje SK (32, 53). Pokazano je da je refleksija

polimerizacijskog svjetla od metalne površine ATR dodatka na uređaju za mjerenje manja nego refleksija svjetla od zubne cakline pa bi vrijednosti SK *in vitro* mogle biti niže od ostvarenih vrijednosti u kliničkim uvjetima (32). U preliminarnoj studiji usporedili smo refleksiju svjetla od metalne površine ATR dodatka i bukalne površine zubne cakline prethodno ekstrahiranog premolara. Refleksija svjetla od zubne cakline bila je dvostruko veća što je u korelaciji s prethodno spomenutim navodom (32) te sugerira da bi *in vitro* istraživanja SK mogla podcijeniti vrijednosti SK ostvarene u kliničkim uvjetima. Međutim, zbog tankog sloja adhezijskog sustava rabljenog u istraživanju te visoke ukupne doze primljene energije, taj učinak vjerojatno nema praktično značenje. Metoda FTIR je osjetljiva na prisutnost vode pa su svi uzorci bili pohranjeni u suhim uvjetima, a ne u vlažnom mediju (npr. u slini). Također, pohranjivanje uzoraka u vlažni medij moglo bi uzrokovati difundiranje rezidualnog monomera iz uzorka čime bi se dobile lažno povećane vrijednosti stupnja konverzije.

Debljina uzorka može utjecati na dobivene vrijednosti SK, pri čemu tanji uzorci mogu imati više vrijednosti SK. U kliničkim uvjetima debljina adhezijskog sloja ispod bravice relativno je tanka (oko 250 mikrometara, (29)), a slična debljina uzoraka postignuta je i u ovom istraživanju korištenjem PET folija i mikroskopskih stakalaca. Za određivanje SK u ovom istraživanju nismo koristili prethodno ekstrahirane zube zbog površinske topografije i hrapavosti koje bi mogle utjecati na dobivene vrijednosti (26) i unijeti dodatnu varijabilnost među uzorcima. Također, teško bi bilo odvojiti polimerizirani uzorak od bravice i zuba. S tom svrhom u istraživanju su korištene gornje PET folije koje su olakšavale odvajanje uzorka od baze bravice.

### **5.5. Utjecaj karakteristika polimerizacijskog uređaja i vremena osvjetljavanja na vrijednosti stupnja konverzije**

Karakteristike polimerizacijskog uređaja kao što su tip uređaja (halogen, LED, plazma i sl.), područje valnih duljina, intenzitet i način osvjetljavanja te vrijeme osvjetljavanja mogu utjecati na vrijednosti SK (4, 12, 29). U istraživanju Arana i sur. (23) pokazano je da dulje vrijeme osvjetljavanja pogoduje višim vrijednostima SK u skupini s metalnom bravicom, dok vrijeme osvjetljavanja nije utjecalo na vrijednosti SK u skupini s keramičkim bravicama. U ovom istraživanju svi uzorci osvjetljavani su istim LED polimerizacijskim uređajem, jednakog intenziteta i vremena osvjetljavanja. Područje valnih duljina LED uređaja je između 420 i 600 nm što pogoduje valnoj duljini od 460 nm pri kojoj se kamforkinon, kao najčešći fotoinicijator u svjetlosno stvrdnjavajućim sustavima, aktivira (29). Uzorci u kontrolnoj skupini i KB skupini osvjetljavani su izravno iznad materijala ili bravice, dok su uzorci u MB skupini osvjetljavani



s mezijalne i distalne strane bravice po 10 sekundi pod kutom od 45° jer je pokazano da taj način pogoduje polimerizaciji kompozita ispod bravice (31) i odgovara kliničkim uvjetima tijekom lijepljenja ortodontskih bravica. Moguće je da se vrijednosti SK mogu razlikovati u sredini uzorka (mjesto na kojem uzorak dodiruje ATR kristal, sredina baze bravice) i na rubu baze bravice. U istraživanju Faira-e-Silva i sur. (31) manji, ali statistički značajni porast vrijednosti SK zabilježen je na rubu bravice, blizu mjesta pozicioniranja polimerizacijskog uređaja. Međutim, autori zaključuju da, iako značajna, takva razlika premala je da bi bila klinički značajna. U drugom istraživanju (10) SK je mjereno na trima različitim mjestima na bazi bravice, ovisno o udaljenosti od vrha polimerizacijskog uređaja. Pokazano je da se SK ne razlikuje ovisno o mjestu mjerenja na bazi bravice.

Preporučuje se da se uvijek tijekom upotrebe materijala slijede upute proizvođača i za tip polimerizacijskog uređaja i vrijeme osvjetljavanja. Međutim, Soyland i sur. (32) pokazali su da to ne dovodi uvijek do značajno većih vrijednosti SK, vjerojatno zbog visokog intenziteta današnjih polimerizacijskih uređaja, kojim se već i pri kraćim vremenima osvjetljavanja postiže maksimalni SK u tankom sloju ortodontskoga adhezijskog sustava, zbog toga se daljnjim osvjetljavanjem ne postiže značajno poboljšanje.

## **5.6. Ortodontski adhezijski sustavi s visokom udjelom punila**

Najniže kratkoročne vrijednosti SK pokazali su materijali Enlight u MB skupini i Transbond XT u kontrolnoj i KB skupini. Jedan dan nakon polimerizacije ti materijali pokazuju velik porast u vrijednosti SK (19,2 % – 32,9 %) u svim grupama. Prema proizvođaču, ti materijali imaju visok udio punila (70 – 80 wt %). Tijekom osvjetljavanja materijala, čestice punila moraju propuštati vidljivo svjetlo potrebno za aktivaciju polimerizacijske reakcije (54). Čestice punila mogu apsorbirati svjetlo ili dolazi do raspršenja svjetlosti. Propusnost svjetla ovisi o udjelu, vrsti i veličini čestica anorganskog punila zbog toga ti parametri mogu utjecati na vrijednosti SK (18, 29, 54). Refraktorni indeks u metakrilatnim smolama se razlikuje od refraktornog iznosa čestica punila (29, 54). Visok udio punila također otežava mobilnost monomera i propagaciju polimerizacijske reakcije što uzrokuje manje vrijednosti SK na početku reakcije (2, 18), ali posljedično dovodi do većega naknadnog povećanja vrijednosti SK (13). Također, kako polimerizacija napreduje, gustoća i refraktorni indeks polimerne mreže povećavaju se i postaju sličniji indeksu čestica punila čime se svjetlost kontinuirano bolje propušta, a manje raspršuje (14, 29, 54, 55). S obzirom na veliki porast vrijednosti SK 1 dan nakon osvjetljavanja za Enlight i Transbond XT u svim skupinama, potrebno je oprezno

tumačiti vrijednosti SK ostalih istraživanja (2, 10, 25, 31, 32, 41) koja su mjerila SK neposredno nakon osvjetljavanja kod takvih materijala. Općenito, vrijednosti SK mjerene u razdoblju kraćem od jednog dana treba tumačiti kao vrijednosti koje se postupno još razvijaju ovisno o vremenu koje je prošlo od osvjetljavanja do mjerenja.

### **5.7. Biokompatibilnost materijala i vrijednosti stupnja konverzije**

Enlight i Transbond XT pokazali su najviše naknadne vrijednosti SK u svim grupama. Više vrijednosti SK povezane su s boljom biokompatibilnošću materijala (18, 32, 41) jer preostaje manja količina zaostatnih monomera koji mogu difundirati u oralnu šupljinu. Međutim, idealan materijal trebao bi postići svoju najvišu moguću vrijednost SK odmah nakon aplikacije jer bi se time osiguralo brže postizanje boljih mehanička svojstva i smanjila bi se mogućnost neželjenih bioloških efekata (13). Vrijednosti SK mjerenjem polimerizacijske kinetike za te materijale bile su među najnižima u svim skupinama, to implicira da bi ti materijali mogli imati manju inicijalnu biokompatibilnost.

### **5.8 Vrijednosti stupnja konverzije dvostruko stvrđavajućih sustava u odnosu na svjetlosno stvrđavajuće**

Phase II Dual Cure pokazao je najviše kratkoročne vrijednosti SK u svim skupinama. Takav nalaz sličan je istraživanju Eliades i sur. (26) u kojemu je također dvostruko stvrđavajući adhezijski sustav (Duo Cemet, Coltene) pokazao najviše vrijednosti SK. Dvostruko stvrđavajući adhezijski sustavi u svojem sastavu imaju kemijske i fotokemijske inicijatore polimerizacijske reakcije. Fotokemijski inicijatori polimerizacije osiguravaju brzo stvrđavanje materijala tijekom osvjetljavanja, a kemijski inicijatori odgovorni su za polimerizaciju na mjestima na koja svjetlost ne dopire primjereno do adhezijskog sustava kao što su mjesta pokrivena neprozirnim materijalima (npr. bravice) (56). Visok porast kratkoročnih vrijednosti SK u MB skupini između 2. i 10. minute mjerenja (9,5 %) potencijalno se može pripisati njegovoj dvostruko stvrđavajućoj prirodi, tada do izražaja dolazi kemijska inicijacija polimerizacije zbog nedovoljne količine primljene svjetlosne energije. Međutim, vrijednosti SK utvrđene mjerenjem naknadne polimerizacije bile su u sredini u ukupnom poretku testiranih materijala. Također, nema velike razlike u vrijednostima SK dobivenih nakon 1 dan i 28 dana nakon osvjetljavanja za što potencijalno također može biti odgovoran njegov dvostruko stvrđavajući način polimerizacije. S obzirom na to da se dvije

reakcije odvijaju istovremeno, moguće je da se više reaktanata potroši na početku polimerizacije zbog čega ih manje ostaje za naknadnu polimerizaciju. Unatoč zadovoljavajućim vrijednostima SK, dvostruko stvrđavajući sustavi manje se koriste u praksi zbog vremenski zahtjevnog kliničkog postupka u kojem se dvije paste moraju miješati. Miješanjem mogu zaostati inkluzije zraka u mješavini što utječe na SK te posljedično na kliničke performanse materijala. Više vrijednosti SK kod tih materijala ne opravdavaju njihovu upotrebu u kliničkoj praksi, pogotovo ako su razlike u vrijednostima SK među materijalima male (26).

### **5.9. Utjecaj materijala ortodontskih bravica na vrijednosti stupnja konverzije**

Optimalna polimerizacija materijala ovisi o količini primljene energije (24). Preporučena energija za optimalnu polimerizaciju kompozitnih materijala iznosi od 30 000 do 40 000 mJ (1), a mogu se pronaći podatci i o nižim vrijednostima od 10 000 mJ (57). Ukupna količina primljene energije produkt je intenziteta svjetla polimerizacijskog uređaja ( $W/m^2$ ), vremenskog intervala osvjetljavanja te površine koju smo osvjetljavali (1, 57). Razlike u preporukama posljedica su širokog raspona prozirnosti kompozitnih materijala, to izravno utječe na propusnost svjetlosti. Međutim, vrijednosti energije s gornje granice spomenutog raspona relevantnije su za restaurativne kompozitne materijale nego za ortodontske adhezijske sustave, s obzirom na to da je u slučaju restauracije put svjetlosti kroz materijal višestruko dulji (2 – 4 mm naspram 0,25 mm).

Mjerenjem polimerizacijske kinetike utvrđena je statistički značajno niža vrijednost SK (2,8 % – 14,8 %) za sve materijale u prisutnosti metalne bravice u odnosu na kontrolnu skupinu. Takav nalaz dobiven je i mjerenjem naknadne polimerizacije kod svih materijala, osim kod Transbond XT, ali razlike među skupinama bile su manje (1,3 % – 4,3 %). Polimerizacija adhezijskog sustava ispod metalne bravice ovisi o mogućnosti prodiranja svjetla do materijala i količine reflektiranog svjetla od pozadine (25). Tijekom osvjetljavanja adhezijskog sustava ispod bravice dolazi do raspršenja i refleksije svjetlosti u zubu. Količina reflektirane svjetlosti od zuba može utjecati na vrijednosti stupnja konverzije (44).

U kliničkim uvjetima svjetlost se reflektira od zubne cakline (16, 44), a u laboratorijskim uvjetima od površine instrumenta ispod uzorka. S obzirom na to da je adhezijski sloj tanak (250 mikrometara, (29)), takva refleksija može utjecati na polimerizaciju (26). Manje razlike u vrijednostima SK dobivene mjerenjem naknadne polimerizacije u MB skupini u odnosu na kontrolnu skupinu mogu se objasniti količinom reaktanata preostalom nakon osvjetljavanja i

ukupnom količinom primljene energije. U prisutnosti metalnih bravica ukupna količina primljene energije je manja što rezultira manjim porastom viskoznosti i većom količinom preostalih reaktanata za naknadnu polimerizaciju. Moguće je da su iz istog razloga dugoročne vrijednosti SK u MB skupini sličnije vrijednostima KB skupine u odnosu na kratkoročne vrijednosti SK gdje su svi materijali pokazali značajno više vrijednosti u KB skupini (2,6 % – 13,3 %). Keramičke bravice bolje propuštaju svjetlost od metalnih bravica. Optimalna propusnost svjetla prednost je monokristaliničnih keramičkih bravica rabljenih u ovom istraživanju jer se svjetlost ne lomi i ne raspršuje na granicama kristala kao što je to kod polikristaliničnih keramičkih bravica (34) što posljedično prigušuje svjetlo koje dolazi do adhezijskog sustava. Zato su kratkoročne vrijednosti SK u KB skupini slične vrijednostima kontrolne skupine i više od vrijednosti u MB skupini. Unatoč boljoj propusnosti svjetlosti keramičkih bravica, u istraživanju Lim YK i sur. (44) pokazano je da refleksija svjetlosti od zuba više utječe na vrijednosti SK nego propusnost svjetla kroz bravicu. Takav nalaz pogoduje polimerizaciji materijala ispod metalnih bravica.

#### **5.10. Utjecaj viskoznosti i translucencije materijala na vrijednosti stupnja konverzije**

Heliosit je pokazao najniže vrijednosti SK mjerenjem naknadne polimerizacije, u svim skupinama i vremenskim točkama mjerenja. Prema proizvođaču, taj materijal ima visok udio monomera (85 wt %) što vjerojatno doprinosi većim kratkoročnim vrijednostima SK, ali kako se većina monomera potroši na početku reakcije, manje ih ostaje za naknadnu polimerizaciju (58). Moguće je da je zbog toga i mala razlika u vrijednostima SK do 28 dana nakon osvjetljavanja u odnosu na vrijednosti SK dobivene na kraju mjerenja polimerizacijske kinetike (1,0 % – 2,7 %), ali i da to doprinosi značajnim razlikama u vrijednostima SK među skupinama 7 dana i 28 dana nakon osvjetljavanja.

Utvrđeno je da translucencija materijala može utjecati na vrijednosti SK (29, 54). Veća translucencija materijala, kao što je kod Heliosita i Transbonda LV, doprinosi boljoj konverziji jer je refraktorni indeks smole i čestica punila sličan (29) zbog čega se svjetlost manje raspršuje. Kako polimerizacija napreduje, gustoća i refraktorni indeks polimerne mreže povećavaju se i postaju sličniji indeksu čestica punila čime se svjetlost kontinuirano bolje propušta, a manje raspršuje (14, 29, 54, 55). To su također niskoviskozni materijali, koji općenito sadrže manje količine čestica punila (59). Kratkoročne vrijednosti SK za te materijale bili su među višima u svim grupama, to je bilo slično i u prethodnim istraživanjima (2). Niža viskoznost materijala omogućuje bolju pokretljivost monomera i difuziju reaktivnih čestica unutar materijala što

pogoduje polimerizaciji i dovodi do većeg SK, barem na početku reakcije. Naknadne vrijednosti SK za te materijale nisu bili među najvišima u ukupnom poretku testiranih materijala, vjerojatno zbog već spomenutog učinka veće potrošnje monomera na početku polimerizacijske reakcije.

### **5.11. Polimerizacijski stres i skupljanje materijala**

Mjerenje polimerizacijske kinetike podrazumijeva dobivanje podataka o brzini polimerizacije i polimerizacijskom skupljanju. Stopa polimerizacije povezana je s polimerizacijskim stresom i skupljanjem materijala (22), to je bitno u restorativnoj dentalnoj medicini zbog mogućeg nastanka sekundarnog karijesa u području rubne pukotine (60). U ortodontici takvi podatci nisu toliko važni (29) jer je očekivano vrijeme trajanja kompozitnog ispuna u ustima puno dulje nego što je prosječno trajanje ortodontske terapije. Također, riječ je o tankim slojevima materijala, postavljenima u uvjetima niskoga konfiguracijskog faktora, s obzirom na veliku površinu materijala dostupnu za relaksaciju stresa. Tijekom osvjetljavanja materijala u MB skupini, a i u kliničkim uvjetima, postoji prekid u osvjetljavanju kada se polimerizacijski uređaj premješta s distalne na mezijalnu stranu bravice ili obrnuto, to potencijalno može utjecati na izračun podataka o brzini polimerizacije i polimerizacijskom skupljanju.

### **5.12. Odnos vrijednosti stupnja konverzije i vezne čvrstoće ortodontskih adhezijskih sustava**

Informacije o veznoj čvrstoći ortodontskih adhezijskih sustava, kao neizravnom pokazatelju stupnja konverzije, zanimljive su s kliničkog aspekta. U budućim istraživanjima bilo bi korisno ispitati povezanost između dobivenih vrijednosti SK u ovoj studiji i vezne čvrstoće. Cilj ovoga istraživanja bio je ispitati vrijednosti SK kao funkciju materijala bravice, s obzirom na to da različiti materijali bravice, zbog raspršenja ili prigušenja svjetla, mogu utjecati na vrijednosti SK. Vrsta bravice i materijala koji će se koristiti u određenom ortodontskom slučaju, ovisi o težini slučaja te o estetskim zahtjevima pacijenta. U ovom istraživanju promatralo se koje kombinacije materijala bravice i adhezijskog sustava postižu najviše vrijednosti SK jer se pretpostavlja da materijal s višom vrijednosti SK može potencijalno imati bolja mehanička svojstva kao što je vezna čvrstoća. Dodatno, u kliničkim uvjetima, takvi podatci mogu utjecati na odabir adhezijskog sustava koji će se koristiti za lijepljenje nakon što su odabrane bravice za određeni ortodontski slučaj. Međutim, stvarna povezanost između SK i vezne čvrstoće još

je uvijek nepoznanica jer se promjene u jednoj varijabli ne odražavaju izravno u drugoj (13, 29). Nedavno istraživanje (10) pokazalo je slabu korelaciju između vrijednosti SK i vezne čvrstoće za testirani samojetkajući adhezijski sustav, dok za konvencionalni ortodontski adhezijski sustav nije pronađena korelacija između vrijednosti SK i vezne čvrstoće. Vezna čvrstoća može biti nepouzdan pokazatelj vrijednosti SK zbog čimbenika kao što su dizajn bravice, varijacije u primjeni opterećenja tijekom testiranja, pripremi uzoraka i uvjetima ispitivanja (29) te se može razlikovati ovisno o testiranom materijalu i njegovu sastavu koji nam je većinom nepoznat.

## **6. ZAKLJUČAK**

U nastavku se navode zaključci ovog *in vitro* istraživanja.

- Mjerenjem polimerizacijske kinetike utvrđeno je da kratkoročne vrijednosti SK rastu s vremenom mjerenja za sve materijale u svim skupinama te se međusobno razlikuju, osim u 10. minuti gdje u MB skupini između vrijednosti za Enlight i Transbond XT nema statistički značajne razlike.
- Prisutnost metalne bravice značajno smanjuje kratkoročne vrijednosti SK neovisno o materijalu i načinu polimerizacije (svjetlosno ili dvostruko stvrdnjavajući), dok je takav učinak izražen samo kod nekih materijala u prisutnosti keramičke bravice.
- Iako dvostruko stvrdnjavajući sustav pokazuje najviše kratkoročne vrijednosti SK u svim skupinama, taj učinak nije izražen mjerenjem naknadne polimerizacije, gdje svjetlosno stvrdnjavajući sustavi pokazuju superiornije vrijednosti SK u odnosu na dvostruko stvrdnjavajući, u svim skupinama.
- Kratkoročne vrijednosti SK pokazuju da prisutnost metalne bravice značajno smanjuje vrijednosti SK neovisno o materijalu i adhezijskom sustavu, dok je takav učinak manje izražen mjerenjem dugoročnih vrijednosti SK zbog naknadne polimerizacije materijala. Mjerenjem naknadne polimerizacije dugoročne vrijednosti SK u objema eksperimentalnim skupinama su slične ili su u KB skupini neznatno više, dok su mjerenjem polimerizacijske kinetike kratkoročne vrijednosti SK KB skupine više od skupine MB i slične vrijednostima kontrolne skupine.
- Rangiranje materijala s obzirom na postignute kratkoročne vrijednosti SK u BB i KB skupini u svim vremenskim točkama mjerenja je: Transbond XT < Heliosit < Enlight < Transbond LV < Phase II Dual Cure; u MB skupini u 2. i 6. minuti mjerenja: Enlight < Transbond XT < Heliosit < Transbond LV < Phase II Dual Cure, a nakon 10. minute: Enlight ~ Transbond XT < Heliosit < Transbond LV < Phase II Dual Cure.
- Rangiranje materijala s obzirom na postignute dugoročne vrijednosti SK: Heliosit < Transbond LV < Phase II Dual Cure < Transbond XT < Enlight u svim skupinama i vremenskim točkama mjerenja, osim 1 dan nakon osvjetljavanja gdje je poredak u MB i KB skupini sljedeći: Heliosit < Transbond LV ~ Phase II Dual Cure < Transbond XT < Enlight.
- Najviše kratkoročne vrijednosti SK u svim vremenskim točkama mjerenja pokazao je Phase II Dual cure u svim trima skupinama, a najniže Transbond XT u BB i KB skupini te Enlight u MB skupini u svim vremenskim točkama mjerenja.



- Najviše dugoročne vrijednosti SK pokazao je Enlight, a najniže Heliosit u svim skupinama i vremenskim točkama mjerenja.

## **7. POPIS LITERATURE**

1. Rahiotis C. Degree of Cure and Monomer Leaching from Orthodontic Adhesive Resins: In Vitro and in Vivo Evidence. *Semin Orthod.* 2010;16(4):266–73.
2. de Araujo LOF, Barreto O, de Mendonça AAM, França R. Assessment of the degree of conversion in light-curing orthodontic resins with various viscosities. *Appl Adhes Sci.* 2015;3(1):26.
3. Mandall NA, Millett DT, Mattick CR, Hickman J, Worthington HV, Macfarlane TV. Orthodontic adhesives: a systematic review. *J Orthod.* 2002;29(3):205–10.
4. Nimcharoensuk K, Anuwongnukroh N, Dechkunakorn S, Sattabanasuk V, Sunintaboon P, Wichai W. Degree of Conversion of Experimental Light-Cured Orthodontic Adhesives. *Key Eng Mater.* 2019;801:27–32.
5. Mandall NA, Hickman J, Macfarlane TV, Mattick RC, Millett DT, Worthington HV. Adhesives for fixed orthodontic brackets. *Cochrane Database Syst Rev.* 2018;4(4):CD002282.
6. Chamda RA, Stein E. Time-related bond strengths of light-cured and chemically cured bonding systems: An in vitro study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1996;110(4):378–82.
7. Ewoldsen N, Demke RS. A review of orthodontic cements and adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2001;120(1):45–8.
8. Perdigão J. New developments in dental adhesion. *Dent Clin North Am.* 2007;51(2):333–57.
9. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955;34(6):849–53.
10. Perković V, Šimunović Aničić M, Lughì V, Pozzan L, Meštrović S, Turco G. Correlation of Shear Bond Strength and Degree of Conversion in Conventional and Self-Adhesive Systems Used in Orthodontic Bonding Procedures. *Biomedicines.* 2023;11(5):1252.
11. Par M, Tarle Z, Hickel R, Ilie N. Polymerization kinetics of experimental bioactive composites containing bioactive glass. *J Dent.* 2018;76:83–8.

12. Çörekçi B, Malkoç S, Öztürk B, Gündüz B, Toy E. Polymerization capacity of orthodontic composites analyzed by Fourier transform infrared spectroscopy. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2011;139(4):e299–304.
13. Carek A, Dukaric K, Miler H, Marovic D, Tarle Z, Par M. Post-Cure Development of the Degree of Conversion and Mechanical Properties of Dual-Curing Resin Cements. *Polymers.* 2022;14(17):3649.
14. Par M, Lapas-Barisic M, Gamulin O, Panduric V, Spanovic N, Tarle Z. Long Term Degree of Conversion of two Bulk-Fill Composites. *Acta Stomatol Croat.* 2016;50(4):292–300.
15. Al-Ahdal K, Ilie N, Silikas N, Watts DC. Polymerization kinetics and impact of post polymerization on the Degree of Conversion of bulk-fill resin-composite at clinically relevant depth. *Dent Mater.* 2015;31(10):1207–13.
16. Tavas MA, Watts DC. Bonding of Orthodontic Brackets by Transillumination of a Light Activated Composite: An In Vitro Study. *Br J Orthod.* 1979;6(4):207–8.
17. Eliades T, Eliades G. Orthodontic adhesive resins. U: Brantley WA, Eliades T, urednici. *Orthodontic Materials.* 2001. izd. Stuttgart – New York: Thieme; str. 201–21.
18. Kelch M, Stawarczyk B, Mayinger F. Time-dependent degree of conversion, Martens parameters, and flexural strength of different dual-polymerizing resin composite luting materials. *Clin Oral Investig.* 2022;26(1):1067–76.
19. Par M, Burrer P, Prskalo K, Schmid S, Schubiger AL, Marovic D, i ostali. Polymerization Kinetics and Development of Polymerization Shrinkage Stress in Rapid High-Intensity Light-Curing. *Polymers.* 2022;14(16):3296.
20. Moraes LGP, Rocha RSF, Menegazzo LM, Araújo EBD, Yukimito K, Moraes JCS. Infrared spectroscopy: a tool for determination of the degree of conversion in dental composites. *J Appl Oral Sci.* 2008;16(2):145–9.
21. Trinajstić Zrinski M. Ispitivanje stupnja konverzije i genotoksičnosti konvencionalnih i bioaktivnih ortodontskih adhezivnih sustava [Internet]. 2018. [citirano 30. siječnja 2024.]. Dostupno na: <https://www.bib.irb.hr:8443/963010>

22. Watts D. Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerised networks. *Dent Mater.* 2005;21(1):27–35.
23. Arana AFM, Justus B, Dávila-Sánchez A, Sugahara MDO, Coelho U, Farago PV, i ostali. Influence of radiant exposure values from two third generation LED curing units on polymerization profile and microhardness of orthodontic composite under ceramic and metallic brackets. *Dent Press J Orthod.* 2021;26(1):e2119150.
24. Aldossary MS, Abu Hajja SS, Santini A. Light energy transmission through six different makes of ceramic orthodontic brackets. *Int Orthod.* 2018;16(4):638–51.
25. Shinya M, Shinya A, Lassila LVJ, Varrelä J, Vallittu PK. Enhanced Degree of Monomer Conversion of Orthodontic Adhesives Using a Glass-Fiber Layer under the Bracket. *Angle Orthod.* 2009;79(3):546–50.
26. Eliades T. Degree of cure of orthodontic adhesives with various polymerization initiation modes. *Eur J Orthod.* 2000;22(4):395–9.
27. Üşümez S, Büyükyılmaz T, Karaman Aİ, Gündüz B. Degree of conversion of two lingual retainer adhesives cured with different light sources. *Eur J Orthod.* 2005;27(2):173–9.
28. Gioka C, Bourauel C, Hiskia A, Kletsas D, Eliades T, Eliades G. Light-cured or chemically cured orthodontic adhesive resins? A selection based on the degree of cure, monomer leaching, and cytotoxicity. *Am J Orthod Dentofac Orthop Off Publ Am Assoc Orthod Its Const Soc Am Board Orthod.* 2005;127(4):413–9.
29. Eliades T. Polymerization Lamps and Photocuring in Orthodontics. *Semin Orthod.* 2010;16(1):83–90.
30. Andrzejewska E. Photo polymerization kinetics of multifunctional monomers. *Prog Polym Sci.* 2001;26(4):605–65.
31. Faria-e-Silva AL, Covell DA, Ferracane JL, Pfeifer CS. Effectiveness of high irradiance for short-time exposures on polymerization of composite under metal brackets. *Angle Orthod.* 2017;87(6):834–40.

32. Soyland R, Currier GF, Kadioglu O, Li J, Esteban Florez FL, Rueggeberg FA, i ostali. Pairing orthodontic adhesive resins and light-curing units for optimal degree of conversion. *J World Fed Orthod.* 2020;9(2):68–74.
33. Niepraschk M, Rahiotis C, Bradley TG, Eliades T, Eliades G. Effect of various curing lights on the degree of cure of orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2007;132(3):382–4.
34. Bolaños-Carmona V, Zein B, Menéndez-Núñez M, Sánchez-Sánchez P, Ceballos-García L, González-López S. Influence of the bracket on bonding and physical behavior of orthodontic resin cements. *Dent Mater J.* 2015;34(4):449–57.
35. Pithon MM, Santos RLD, Martins FO, Romanos MTV, Araújo MTDS. Evaluation of cytotoxicity and degree of conversion of orthodontic adhesives over different time periods. *Mater Res.* 2010;13(2):165–9.
36. Perešin A. Identifikacija polimernih ambalažnih materijala FTIR spektroskopijom [Internet] [info:eu-repo/semantics/bachelorThesis]. University of Zagreb. Faculty of Chemical Engineering and Technology; 2015. [citirano 1. veljače 2024.]. Dostupno na: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:149:701614>
37. Rueggeberg FA, Hashinger DT, Fairhurst CW. Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composites. *Dent Mater Off PublAcad Dent Mater.* 1990;6(4):241–9.
38. Moldovan M, Balazsi R, Soanca A, Roman A, Sarosi C, Prodan D, i ostali. Evaluation of the Degree of Conversion, Residual Monomers and Mechanical Properties of Some Light-Cured Dental Resin Composites. *Materials.* 2019;12(13):2109.
39. Profeta Krznar I, Par M, Tarle Z, Meštrović S. Influence of the Bracket Material on the Post-Cure Degree of Conversion of Resin-Based Orthodontic Adhesive Systems. *Polymers.* 2024;16(3):318.
40. Burrer P, Par M, Fürer L, Stübi M, Marovic D, Tarle Z, i ostali. Effect of polymerization mode on shrinkage kinetics and degree of conversion of dual-curing bulk-fill resin composites. *Clin Oral Investig.* 2023;27(6):3169–80.

41. Jagdish N, Padmanabhan S, Chitharanjan AB, Revathi J, Palani G, Sambasivam M, i ostali. Cytotoxicity and Degree of Conversion of Orthodontic Adhesives. *Angle Orthod.* 2009;79(6):1133–8.
42. Eliades T, Eliades G, Brantley WA, Johnston WM. Residual monomer leaching from chemically cured and visible light-cured orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofac Orthop Off Publ Am Assoc Orthod Its Const Soc Am Board Orthod.* 1995;108(3):316–21.
43. Eliades T, Eliades G, Brantley WA. Orthodontic brackets. U: Brantley WA, Eliades T, urednici. *Orthodontic Materials.* 2001. izd. Stuttgart – New York: Thieme; str. 143–73.
44. Lim YK, Lee YK. Influence of light transmittance and background reflectance on the light curing of adhesives used to bond esthetic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2007;132(1):5.e17–5.e24.
45. Russell JS. Current Products and Practice: Aesthetic Orthodontic Brackets. *J Orthod.* 2005;32(2):146–63.
46. Brantley WA, Eliades T, Eliades G, Grímsdóttir MR, Hensten-Pettersen A, Jacobsen N, i ostali. Orthodontic Materials [Internet]. 2001. izd. Thieme Verlag; 2001. [citirano 28. siječnja 2024.]. Dostupno na: <https://www.thieme-connect.de/products/ebooks/book/10.1055/b-002-43889>
47. Bolaños-Carmona V, Benavides-Reyes C, González-López S, González-Rodríguez P, Álvarez-Lloret P. Influence of Spectroscopic Techniques on the Estimation of the Degree of Conversion of Bulk-fill Composites. *Oper Dent.* 2020;45(1):92–103.
48. Musanje L, Darvell B. Curing-light attenuation in filled-resin restorative materials. *Dent Mater.* 2006;22(9):804–17.
49. Burtscher P. Stability of radicals in cured composite materials. *Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater.* 1993;9(4):218–21.
50. Asmussen E. Restorative resins: hardness and strength vs. quantity of remaining double bonds. *Eur J Oral Sci.* 1982;90(6):484–9.
51. Ferracane JL. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res.* 1986;20(1):121–31.

52. Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic Degradation of Dental Composites. *J Dent Res.*1984;63(10):1248–54.
53. Wichai W, Nimcharoensuk K, Anuwongnukroh N, Dechkunakorn S, Roongrujimek P. Degree of Conversion of Three Light-Cured Orthodontic Adhesives. *Key Eng Mater.* 2018;777:577–81.
54. Fidalgo-Pereira R, Carvalho Ó, Catarino SO, Henriques B, Torres O, Braem A, i ostali. Effect of inorganic fillers on the light transmission through traditional or flowable resin-matrix composites for restorative dentistry. *Clin Oral Investig.* 2023;27(9):5679–93.
55. Bucuta S, Ilie N. Light transmittance and micro-mechanical properties of bulk fill vs. conventional resin based composites. *Clin Oral Investig.* 2014;18(8):1991–2000.
56. Windle CB, Hill AE, Tantbiroj D, Versluis A. Dual-cure dental composites: can light curing interfere with conversion? *J Mech Behav Biomed Mater.* 2022;132:105289.
57. Gange P. The evolution of bonding in orthodontics. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2015;147(4):S56–63.
58. Mohamad D, Young R, Mann AB, Watts DC. Post-polymerization of dental resin composite evaluated with nanoindentation and micro- Raman spectroscopy. *Arch Orofac Sci* [Internet]. 2007. [citirano 18. prosinca 2023.]; Dostupno na: <https://research.manchester.ac.uk/en/publications/post-polymerization-of-dental-resin-composite-evaluated-with-nano>
59. Tecco S, Traini T, Caputi S, Festa F, de Luca V, D’Attilio M. A New One-Step Dental Flowable Composite for Orthodontic Use: *Angle Orthod.* 2005;75(4).
60. Tarle Z, Par M. Bioactive dental composite materials. *Rad Hrvat Akad Znan Umjet Med Znan.* 2018;533:83–100.



## **8. ŽIVOTOPIS I POPIS OBJAVLJENIH RADOVA**

Ivona Profeta Krznar rođena je 3. lipnja 1988. godine u Zagrebu. Osnovnu školu završila je u mjestu Sveti Križ Začretje, gdje živi i danas. Nakon završene osnovne škole pohađala je Gimnaziju A. G. Matoša u Zaboku, prirodoslovno-matematički smjer. Tijekom srednjoškolskog obrazovanja sudjelovala je na županijskim i državnim natjecanjima iz biologije. Maturirala je 2007. godine s odličnim uspjehom te je iste godine upisala Stomatološki fakultet Sveučilišta u Zagrebu. Tijekom 2009. godine obavljala je demonstrature na Katedri za histologiju i embriologiju Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu te je iste godine počela obavljati demonstrature na Katedri za fiziologiju Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu. Dobitnica je stipendije MZOŠ-a i triju Dekanovih nagrada. Godine 2010. nagrađena je Rektorovom nagradom za istraživački rad *Genotoksični učinak materijala za izbjeljivanje zubi na oralnu sluznicu*. Bila je članica Udruge studenata dentalne medicine te aktivno sudjelovala i koordinirala projekt *Geronto projekt – Evaluacija i unaprjeđenje oralnog zdravlja u osoba starije životne dobi*, koji je 2013. godine nagrađen Posebnom Rektorovom nagradom. Godine 2013. diplomirala je s odličnim uspjehom te upisala poslijediplomski doktorski studij Dentalne medicine na Stomatološkom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu. Od 2014. do 2021. godine radila je u primarnoj zdravstvenoj zaštiti u ordinaciji dentalne medicine u Domu zdravlja u Krapini. Godine 2021. započinje specijalizaciju iz ortodontije na Klinici za stomatologiju KBC-a Zagreb. Na 10. Međunarodnom kongresu Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu 2024. godine osvojila je nagradu za najbolju oralnu prezentaciju pod naslovom *Post-cure development of the degree of conversion of resin-based orthodontic adhesive systems with a high filler load*.

## **Popis radova**

### **Izvorni znanstveni radovi**

1. Profeta Krznar I, Par M, Tarle Z, Meštrović S. Influence of the Bracket Material on the Post-Cure Degree of Conversion of Resin-Based Orthodontic Adhesive Systems. *Polymers*. 2024;16(3):318. (rad proizašao iz doktorata; Q1 Scoups i WoS)
2. Klarić E, Par M, Profeta I, Kopjar N, Rozgaj R, Kašuba V, Želježić D, Tarle Z. Genotoxic effect of twobleaching agents on oral mucosa. *Cancer Genom. Proteom*. 2013;10(5):209–215. (Scopus Q1, WoS Q3)

3. Klarić E, Par M, Profeta I, Matošević D, Tarle Z. Postoperativna preosjetljivost nakon uporabe dvaju sredstava za profesionalno izbjeljivanje zuba. *Acta Stomatol Croat.* 2011; 45(2):100–109. (Wos, Scopus, Q3)

### **Stručni rad**

1. Profeta I, Par M, Klarić E, Tarle Z. Genotoksični učinak sredstava za izbjeljivanje na oralnu sluznicu. *Sonda.* 2010;11(20):69–73.

### **Prilog sa skupa (u zborniku)**

#### **Sažetak izlaganja sa skupa**

1. Klarić E, Par M, Profeta I, Kopjar N, Želježić D; Kašuba Vilena, Rozgaj R, Tarle Z. Genotoxic effect of twobleaching agents on the oral mucosa. CED- IADR, Budimpešta, Mađarska, 31. 8. – 3. 9. 2011. (poster prezentacija)

### **Prilog sa skupa (u časopisu)**

#### **Prošireni sažetak izlaganja sa skupa**

1. Profeta Krznar I, Par M, Tarle Z, Meštrović S. The influence of bracket material on the degree of conversion of resin-based orthodontic adhesive systems. *Sinergija znanosti i kliničkog rada, Zagreb*, 20. – 21. 10. 2023. *Acta Stomatol. Croat.* 2023;57(4):404.
2. Profeta Krznar I, Par M, Tarle Z, Meštrović S. Post-cure development of the degree of conversion of resin-based orthodontic adhesive systems with a high filler load. 10. Međunarodni kongres Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu, Zagreb, 8. – 9. 3. 2024. *Acta Stomatol. Croat.* 2024;58(1):98-9.