

# Usporedba dimenzijskih promjena i mehaničkih svojstava bioaktivnih restaurativnih materijala

---

Spajić, Jelena

Doctoral thesis / Disertacija

2018

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:127:711781>

Rights / Prava: [Attribution-NonCommercial 3.0 Unported / Imenovanje-Nekomercijalno 3.0](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-23**



Repository / Repozitorij:

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





Sveučilište u Zagrebu

Stomatološki fakultet

Jelena Spajić

**USPOREDBA DIMENZIJSKIH  
PROMJENA I MEHANIČKIH SVOJSTAVA  
BIOAKTIVNIH RESTAURATIVNIH  
MATERIJALA**

DOKTORSKI RAD

Mentori:

prof. dr. sc. Katica Prskalo

dr. sc. Nazif Demoli

Zagreb, 2018.



Sveučilište u Zagrebu

School of Dental Medicine

Jelena Spajić

**COMPARISON OF DIMENSIONAL  
CHANGES AND MECHANICAL  
PROPERTIES OF BIOACTIVE  
RESTORATIVE MATERIALS**

DOCTORAL THESIS

Supervisors:

Professor Katica Prskalo, D.M.D., M.S., Ph.D.

Nazif Demoli, Ph.D.

Zagreb, 2018

Rad je izrađen na Zavodu za endodonciju i restaurativnu stomatologiju Stomatološkog fakulteta Sveučilišta u Zagrebu i u Laboratoriju za lasersku interferometriju Instituta za fiziku u Zagrebu.

**Povjerenstvo za obranu teme doktorskog rada**

prof. dr. sc. Zrinka Tarle

prof. dr. sc. Silvana Jukić Krmek

prof. dr. sc. Ivana Čuković-Bagić

prof. dr. sc. Katica Prskalo

prof. dr. sc. Nazif Demoli

**Povjerenstvo za obranu doktorskog rada**

prof. dr. sc. Zrinka Tarle

prof. dr. sc. Silvana Jukić Krmek

doc. dr. sc. Anja Baraba

izv. prof. dr. sc. Vlatko Pandurić

dr. sc. Hrvoje Skenderović

**Datum obrane:** 19. prosinca 2018. godine

**Voditelj rada: prof. dr. sc. Katica Prskalo**

Zavod za endodonciju i restaurativnu stomatologiju

Stomatološki fakultet Sveučilišta u Zagrebu

Gundulićeva 5

10 000 Zagreb

**Suvoditelj rada: dr. sc. Nazif Demoli**

Institut za fiziku

Bijenička cesta 46

Zagreb

**Lektor hrvatskog jezika: dr.sc. Ana Ostroški Anić**

Institut za hrvatski jezik i jezikoslovlje

Republike Austrije 16

Zagreb

**Lektor engleskog jezika: dr. sc. Ana Ostroški Anić**

Institut za hrvatski jezik i jezikoslovlje

Republike Austrije 16

Zagreb

**Rad sadržava:**

96 stranica

20 tablica

21 sliku

1 CD

Posebno zahvaljujem svojoj mentorici prof. dr. sc. Katici Prskalo na stručnom vodstvu tijekom studija, korisnim savjetima te susretljivosti tijekom izrade doktorske disertacije.

Zahvaljujem suvoditelju rada dr. sc. Nazifu Demoliju na stručnim savjetima i susretljivosti pri provedbi eksperimentalnog dijela rada.

Zahvaljujem dr. sc. Mateju Paru i dr.sc. Kristini Šariri na pomoći oko eksperimentalnog dijela rada i statističkoj obradi podataka.

Veliko hvala i mojoj obitelji na bezuvjetnoj podršci i neizmjernej vjeri u moj uspjeh.

## SAŽETAK

Suvremena restaurativna dentalna medicina još uvijek je suočena s problemom rubne pukotine i mikropopuštanja. Dimenzijske promjene, odnosno konačno skupljanje restaurativnih materijala, izravno utječu na pojavu rubne pukotine s posljedičnim mikropopuštanjem i mogućnošću razvoja sekundarnog karijesa, upalne reakcije pulpe i gubitka restauracije. Svrha ovog rada bila je ispitati dimenzijske promjene materijala tijekom stvrdnjavanja [konvencionalni staklenoionomerni cementi, smolom modificirani staklenoionomerni cemenati (autopolimerizirajući, svjetlosno polimerizirajući), giomeri] i utjecaj polimerizacijskih programa (*visoki, postupni, niski*) Bluephase G2 LED polimerizacijskog uređaja na dimenzijske promjene svjetlosno polimerizirajućih materijala tijekom stvrdnjavanja. Također, cilj je bio odrediti mikrotvrdoću materijala s obzirom na vrstu materijala [konvencionalni staklenoionomerni cementi, smolom modificirani staklenoionomerni cemenata (autopolimerizirajući, svjetlosno polimerizirajući), giomeri], te utjecaj polimerizacijskih programa (*visoki, postupni, niski*) Bluephase G2 LED polimerizacijskog uređaja i sazrijevanja materijala na mikrotvrdoću. Postupak digitalne laserske interferometrije, korišten u ovom istraživanju, omogućuje bilježenje promjena i izračunavanje linearne dimenzijske promjene staklenoionomernih cemenata i giomera tijekom stvrdnjavanja. U ovom istraživanju svi materijali imali su početnu ekspanziju te posljedično skupljanje. Ekspanzija konvencionalnih staklenoionomernih cemenata, što smanjuje neto iznos skupljanja, bila je veća i duža u odnosu na smolom-modificirane staklenoionomerne cemente. Skupljanje smolom modificiranih staklenoionomernih cemenata i giomera bilo je veće nego konvencionalnih staklenoionomernih cemenata. Najmanje skupljanje imali su konvencionalni Ketac Molar Aplicap i Ketac Molar Quick Aplicap. Utjecaj polimerizacijskog programa na skupljanje smolom modificiranih staklenoionomernih cemenata nije bio značajan. Razlike su bile statistički značajne samo za B2 između *visokog* i *niskog* programa. Poboljšanje mikrotvrdoće zabilježeno je kod svih materijala nakon umjetnog starenja od 14 dana. Najveću mikrotvrdoću konvencionalnih SIC-eva nakon četrnaest dana imali su Ketac Molar Quick Aplicap i Fuji IX Fast. Beautifil II imao je značajno veću mikrotvrdoću od Fuji II LC i Photac Fil Quick u svim vremenskim razmacima i svim polimerizacijskim programima. Vrijednosti mikrotvrdoće dobivene različitim polimerizacijskim programima u pozitivnom su odnosu s energijom zračenja koja je dospjela na površinu uzorka. Usprkos tome što su statistički značajne, razlike polimerizacijskih programa mogu se smatrati zanemarivima s kliničkog stajališta.

## EXTENDED SUMMARY

**The Purpose:** Bioactive restorative materials due to chemical activity with enamel and dentin achieve direct chemical bonding, and thanks to their ability to release fluoride remineralize dental tissues. This group includes glass ionomer cements (GIC) and giomers which, in their composition, have already incorporated glass ionomer component. Furthermore, modern restorative dentistry is still faced with a problem of marginal gaps and consequent microleakage. Microleakage of the restoration may lead to serious problems as postoperative sensitivity and due to penetration of bacteria, secondary caries, inflammatory reaction of the pulp and loss of the restorations. The purpose of the present study was to evaluate the linear dimensional changes of conventional glass ionomer cements during the setting time period [Ketac Molar Aplicap (KM), Ketac Molar Quick Aplicap (KMQ), Fuji IX Extra (FIXE), Fuji IX Fast (FIXF)], autocured resin-modified glass ionomer cements [Fuji PLUS (FP) and Fuji VIII (FVIII)] and to assess the influence of three curing modes of LED unit on dimensional changes of resin-modified glass ionomer cements [Fuji II LC (FIILC), Photac Fil Quick Aplicap (PFQ)], conventional GIC [Fuji Triage PINK (FTP) and giomer [Beautifil II (BII)] during the setting time period. One of the aims was to evaluate the microhardness of conventional GICs (KM, KMQ, FIXF, FIXE), light curing resin-modified glass ionomer cements (FIILC, PFQ), autocured resin-modified glass ionomer cements (FP, FVIII) and giomer (B2). It was also important to evaluate the impact of polymerization programs (*low, soft-start, high*) of the Bluephase G2 LED curing unit and maturation of materials on the microhardness.

**Methods:** The digital laser interferometry method (DLI) was used to measure linear dimensional changes during the setting time of tested materials. The DLI used in this study is a method that measures the linear dimensional changes of glass ionomer cements and giomers during the recommended curing time. All tested materials were of shade A3, while all of the GICs were encapsulated. For each tested material (and curing mode, for light-curable materials), 10 discoid specimens (d=10 mm, h=0.85 mm) were prepared. Microhardness measurements were performed using the Vickers test. 100g loads were applied for 10s in the Leitz Miniload2 Microhardness Tester. The Bluephase LED curing unit was used. Hardness was evaluated in intervals, starting immediately after a recommended cure (RC) and repeated after 1 day (1d), 7 days (7d) and 14 days (14d). Five samples (d=4 mm, h=2 mm) were prepared for each combination of curing mode and tested material.



**Results:** All tested materials show an initial setting expansion and following setting shrinkage. KM showed a significantly lower shrinkage than FIXE and FIXF ( $p < 0,01$ ) and KMQ showed a significantly lower shrinkage than FIXF ( $p < 0,01$ ). FIILC and PFQ showed a higher shrinkage than conventional GICs. The resin-modified GIC showed an increase of microhardness during the time and for all polymerization programs. The values of microhardness measurements for FIILC with the *high* polymerization program were higher, compared to the values obtained using the *soft-start* and *low* programs, but the difference was not statistically significant. PFQ showed higher microhardness values after 14d for samples polymerized with the *high* polymerization program, compared to *low* program. The highest values of microhardness of conventional GIC after 14d showed two highly viscous cements KMQ and FIXF. The BII showed significantly higher microhardness than FIILC and PFQ during the time and for all polymerization programs.

**Conclusion:** Unlike other methods, which are limited to finding information about the final dimensional changes, the laser interferometry method provides information in discrete increments of time during the desired period. In particular, Ketac Molar Quick Aplicap exhibited the highest expansion, while Ketac Molar Aplicap showed the lowest contraction. The measured microhardness values showed significant dependence on the polymerization program (*low*, *soft-start*, *high*) and storage time for tested materials.

An improvement in MH was identified in all materials after an artificial aging of 14 days, reflecting the long-term continuation of the setting reaction. The MH values attained by different curing modes were positively related to radiant energy delivered to the specimen surface. Despite being statistically significant, the differences among curing modes can be considered negligible from the clinical standpoint. Material composition exerted a stronger effect on MH values, suggesting that the choice of material had more impact on the mechanical properties than the curing mode.

**Key words:** glass ionomer cements, dimensional changes, setting shrinkage, laser interferometry, Vickers microhardness, polymerization programs, intervals

## POPIS KRATICA

SIC – staklenoionomerni cement

HEMA – 2-hidroksietil metakrilat

SM SIC – smolom modificirani staklenoionomerni cement

K SIC – konvencionalni staklenoionomerni cement

$\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaF}_2\text{-AlPO}_4\text{-Na}_3\text{AlF}_6$  – kalcij-aluminijsko-fluoro-silikatno staklo

$\text{Al}_2\text{O}_3$  – aluminijev trioksid

$\text{CaF}_2$  – kalcijev fluorid

ART-tehnika – atraumatski restorativni tretman

SP SM SIC – svjetlosno polimerizirajući smolom modificirani staklenoionomerni cement

AP SM SIC – autopolimerizirajući smolom modificirani staklenoionomerni cement

EDTA – etilendiamin tetraoctena kiselina

SEM (*Scanning electron microscope*) – skenirajući elektronski mikroskop

KTE – koeficijent toplinske ekspanzije

PRG – predhodno reagirano staklo

Bis-GMA – Bisfenol-A-glicidil metakrilat

TEG-DMA – Trietilen glikol-dimetakrilat

S-PRG – površinski prereagirano staklo

F-PRG – potpuno prereagirano staklo

DLI – digitalna laserska interferometrija

PET film – film od polietilen-tereftalata

He-Ne laser – helij-neonski laser

CCD (*Charged coupled device*) – videokamera s prijenosom naboja

FFT – fast Fourier transform test

MV – mikrotvrdoća po Vickersu

VHN (*Vickers hardness number*) – iznos Vickersove mikrotvrdoće

FIXE – Fuji IX EXTRA

FIXF – Fuji IX FAST

FVIII – Fuji VIII

FP – Fuji Plus

FTP – Fuji Triage Pink

F2LC – Fuji II LC

KM – Ketac Molar Aplicap

KMQ – Ketac Molar Quick Aplicap

PFQ – Photac Fil Quick

B2 – Beautifil II

MSDS (*Material safety data sheet*) – podacima proizvođača o sigurnosti materijala)

Di-UDMA – 2- uretan dimetakrilat

HV (*Vickers hardness*) – mikrotvrdoća prema Vickersu

ANOVA – test analize varijanca

## SADRŽAJ

1. UVOD .....	1
1.1. STAKLENOIONOMERNI CEMENTI .....	2
1.2. SASTAV STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA.....	3
1.2.1. Sastav praška .....	3
1.2.2. Sastav tekućine .....	3
1.3. PODJELA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA.....	4
1.3.1. Konvencionalni staklenoionomerni cementi .....	5
1.3.2. Smolom modificirani staklenoionomerni cementi .....	7
1.4. MEHANIZAM STVRDNJAVANJA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA... 9	
1.5. SVOJSTVA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA .....	11
1.5.1. ADHEZIJA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA .....	11
1.5.2. OTPUŠTANJE FLUORIDA.....	14
1.5.3. KOEFICIJENT TOPLINSKE EKSPANZIJE.....	14
1.6. GIOMERI.....	14
1.6.1. Sastav giomera (Beautiful II) .....	15
1.7. DIMENZIJSKE PROMJENE STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA .....	17
1.8. MEHANIČKA SVOJSTVA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA .....	19
1.8.1. MIKROTVRDOĆA .....	20
2. SVRHA ISTRAŽIVANJA .....	23
3. MATERIJALI I METODE .....	26
3.1. MATERIJALI.....	27
3.2. DIMENZIJSKE PROMJENE STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA .....	32
3.2.1. Priprava uzoraka za digitalnu lasersku interferometriju.....	32

3.2.2. Digitalna laserska interferometrija .....	34
3.3. MIKROTVRDOĆA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA .....	37
3.3.1. Priprava uzoraka za određivanje mikrotvrdoće prema Vickersu .....	37
3.4. STATISTIČKA OBRADA PODATAKA .....	41
4. REZULTATI ISTRAŽIVANJA .....	42
4.1. REZULTATI MJERENJA DIMENZIJSKIH PROMJENA DIGITALNOM LASERSKOM INTERFEROMETRIJOM .....	43
4.2. REZULTATI MJERENJA MIKROTVRDOĆE PREMA VICKERSU .....	53
5. RASPRAVA .....	64
5.1. DIMENZIJSKE PROMJENE STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA .....	65
5.2. MIKROTVRDOĆA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA .....	70
6. ZAKLJUČCI .....	80
7. LITERATURA .....	83
8. ŽIVOTOPIS AUTORA S POPISOM OBJAVLJENIH RADOVA .....	94

## **1. UVOD**

## 1.1. STAKLENOIONOMERNI CEMENTI

Staklenoionomerni cementi (SIC) jesu restaurativni materijali prisutni u kliničkom radu u stomatologiji zadnjih četrdeset godina. Od uvođenja u svakodnevni klinički rad do današnjih dana, SIC-evi su doživjeli mnoge preinake u sastavu materijala i načinu rada, a sve s ciljem poboljšanja njihovih svojstava, lakoće rukovanja, učinkovitosti i dugotrajnosti restauracije (1). Velika promjena u razvoju SIC-eva je dodavanje hidrofilne smole 2-hidroksietilmetakrilata (HEMA) i fotoinicijatora te su tako nastali hibridni, odnosno smolom modificirani staklenoionomerni cemenati (SM SIC). Mathis i Ferracane (1989) predstavili su SM SIC koji su trebali poboljšati fizička svojstva konvencionalnih SIC-eva (K SIC) (2).

Zahvaljujući dobrim svojstvima koje posjeduju, SIC-evi su našli široku primjenu u preventivnoj i restaurativnoj stomatologiji, kao i u protetici (3, 4).

U osnovi, SIC-evi nastaju miješanjem praška kalcij-aluminijsko-fluoro-silikatnog stakla i vodene otopine poli(akrilne) kiseline. Prašak kalcij-aluminijsko-fluoro-silikatnog stakla daje čvrstoću, tvrdoću i sposobnost otpuštanja fluorida, a poliakrilna kiselina omogućuje kemijsku adheziju na tvrda tkiva zuba i biokompatibilnost materijala (5).

SIC posjeduje nekoliko važnih svojstava koje bi restaurativna stomatologija zahtijeva od idealnoga restaurativnog dentalnog materijala. Važna svojstva SIC-a jesu stabilno vezanje za caklinu i dentin, koeficijent toplinske ekspanzije i modul elastičnosti koji je sličan vrijednosti dentina, zatim neosjetljivost na vlagu, dobro pečačenje rubne pukotine, biokompatibilnost i otpuštanje fluorida (6).

SIC ima svojstvo bioaktivnosti, tj. mehanizam adhezije temelji se na difuziji i apsorpciji iona. Mehanizam adhezije kod SIC-a temelji se na stvaranju kemijske veze preko karboksilnih skupina poliakrilne kiseline i kalcijeva hidroksilapatita iz cakline i dentina.

Kariostatsko djelovanje SIC-a temelji se na kontinuiranom otpuštanju fluorida, stoga oni djeluju kao sporo otpuštajući rezervoar fluorida. Sadržaj fluorida u SIC-u dosta je velik, iako postoje razlike u sadržaju fluorida između komercijalnih preparata s obzirom na specifičnu namjenu. Tako npr. Fuji VII ima čak šest puta veću moć otpuštanja fluorida od bilo kojega drugog SIC-a. SIC-evi u interakciji s kalcijem iz cakline stvaraju caklinsku strukturu koja je stabilnija i otpornija na demineralizaciju. U kariogenim uvjetima otpuštanje fluorida naglo se povećava i podržava se precipitacijska faza koja zaustavlja progresiju karijesa (7).

## 1.2. SASTAV STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA

Svi SIC-evi dvokomponentni su sustavi sačinjeni od praška i tekućine. Međusobnim miješanjem praška i tekućine nastaje jedinstvena smjesa različite gustoće (8). Sastav praška i tekućine komercijalnih SIC-eva je različit, a proizvođači obično u javnost ne daju potpuni sastav svojih proizvoda.

### 1.2.1. Sastav praška

Temeljna komponenta praška staklenih ionomera su čestice kalcij-aluminijsko-fluoro-silikatnog stakla kemijskog sastava  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaF}_2\text{-AlPO}_4\text{-Na}_3\text{AlF}_6$ . Ukupni udio fluorida prema težinskom udjelu svakog SIC-a prema Wilsonu i McLeanu treba iznositi do 23 %.

Na translucenost cementa utječe količina aluminijevog trioksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) i to tako da se povećanjem njegove količine povećava i translucenost. Neprozirnost cementa povećava se ako prevladavaju čestice kalcijevog fluorida ( $\text{CaF}_2$ ). Dodavanjem čestica stroncija (Sr), barija (Ba) i lantana (La) postiže se radiokontrastnost SIC-a (5).

Prašak se proizvodi toplinskim stapanjem čestica sastojaka (kvarc, kriolit, aluminijev trifluorid, fluorit, aluminijev fosfat, metalni fluoridi i fosfati) do zasićenja, njihovim hlađenjem i mljevenjem na veličinu čestica 4 – 50  $\mu\text{m}$ , ovisno o budućoj kliničkoj namjeni (9).

### 1.2.2. Sastav tekućine

Pojednostavljeno rečeno, tekućina SIC-a je vodena otopina polikarboksilnih kiselina s/bez dodataka kopolimera nekih karboksilnih kiselina. Na primjer, tekuća komponenta SIC-a sastoji se od 47,5 % vodene otopine poli(akrilne) kiseline i kopolimera itakonske kiseline u odnosu 2:1. Neki cementi sadrže kopolimer maleinske i akrilne kiseline u odnosu 1:1 (8).

Itakonska kiselina snižava viskoznost tekućeg dijela i sprečava geliranje uzrokovano međumolekulskom vodikovom svezom. Neki proizvodi sadržavaju snažniju polimaleinsku kiselinu koja sadržava dvaput više karboksilnih skupina od poliakrilne kiseline (5, 10).

Poboljšanje mehaničkih svojstava cementa postiže se dodavanjem poliakrilne kiseline u suhom obliku u prašak, a tekućina može biti voda ili vodena otopina vinske kiseline. (+) vinska kiselina (5 – 10%-tna) djeluje kao akcelerator stvrdnjavanja u procesu stvrdnjavanja SIC-a oslobađajući ione iz staklenog praška (11).



Svojstva SIC-a ovise o omjeru (+) vinske kiseline i polikiseline u njihovoj tekućoj komponenti. Najbolja svojstva (brzo stvrdnjavanje, otpornost na vodu i maksimalna tlačna čvrstoća) postižu se kad se omjer (+) vinske kiseline i ukupne polikiseline kreće između 5 : 95 i 10 : 90 u 53%-tnoj vodenoj otopini kiseline. Dakle, ako je (+) vinska kiselina prisutna u skromnim količinama, to ubrzava stvrdnjavanje cementa, ali kad je prisutna u suvišku, usporava reakciju i slabi strukturu cementa (12). Ni (-) ni ( $\pm$ ) izomer ne utječe na proces stvrdnjavanja cementa pozitivno kao (+) vinska kiselina. Zbog veće kiselosti (+) vinske kiseline u odnosu na polimere, (+) vinska kiselina tijekom reakcije stvrdnjavanja stvara metalne karboksilate prije nego što ih stvara poliakrilna kiselina. U prisustvu (+) vinske kiseline aluminijske soli brže se formiraju, a kalcijeve puno sporije (13).

Daljnje poboljšanje svojstava SIC-a postignuto je dodavanjem reaktivnijih polikiselina, tj. kopolimera akrilne i maleinske kiseline. Maleinska kiselina sadržava dvaput više karboksilnih skupina od poliakrilne kiseline te zbog povećanog broja karboksilinskih skupina i veće kiselosti sprečava gelaciju tekućine i povećava reaktivnost (14).

### 1.3. PODJELA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA

U literaturi se najčešće navode tri podjele SIC:

- Tradicionalna podjela SIC-a (prema Wilsonu i McLeanu) (15) dijeli SIC u tri grupe:
  1. Tip I – za cementiranje inlaya, onlaya, krunica i mostova.
  2. Tip II – za ispune – tip II a – estetski cementi  
– tip II b – pojačani cementi
  3. Tip III – cementi za podloge
- Podjela prema načinu primjene u kliničkoj praksi (prema Albersu) (16) dijeli SIC u osam podgrupa:
  1. SIC-evi za cementiranje – stvrdnjavaju se kemijskim putem i koriste se za cementiranje fiksno protetskih nadomjestaka (inlaya, onlaya, krunica i mostova).
  2. SIC-evi za ispune – razlikuju se od SIC za cementiranje po većem udjelu čestica praška i većem izboru boja. Stvrdnjavaju se također kemijskim putem.

3. Metalom ojačani SIC-evi – SIC-u su dodani metali u svrhu poboljšanje fizičkih i mehaničkih svojstava. Stvrđavaju se kemijskim putem i nisu estetski. Koriste se za ispune u stražnjoj regiji kao i za nadogradnju bataljaka.

4. Cermeti – su cementi koji nastaju toplinskom obradom, tijekom koje su čestice metala spojene s česticama praška SIC (za razliku od metalom ojačanih SIC, gdje je metalni prašak dodan prašku SIC-a). Stvrđavaju se kemijskim putem i neestetski su. Indikacije za primjenu su iste kao kod metalom ojačanih SIC-eva.

5. SIC kavitetni premazi (liners) – brzo stvrđavajući radiokontrastni premazi za dentin ispod kompozita i amalgama. Oni su uz kemijsko i svjetlosno polimerizirajući.

6. SIC podloge – koriste se za izradu podloga ispod ispuna posebno u slučajevima kad je potrebno nadoknditi veću količinu izgubljenog dentina. Stvrđavaju se kemijskim putem.

7. SIC za pečačenje – koriste se za pečačenje fisura i jamica, stvrđavaju se kemijskim putem.

8. Smolom modificirani SIC – obuhvaćaju svjetlosno i dvostruko stvrđavajuće SIC-eve. Koriste se za izradu završnih ispuna ali i kao podloga ispod kompozitnih ispuna.

- podjela prema sastavu (prema Hickelu):

1. konvencionalni SIC-eve
2. viskoviskozni SIC-eve
3. metalima pojačani SIC-eve
4. smolom modificirani SIC-eve (15, 17).

Prema mehanizmu stvrđavanja SIC-eve možemo podijeliti u dvije grupe:

- konvencionalni SIC-evi:
- smolom modificirani SIC-evi (1).

### **1.3.1. Konvencionalni staklenoionomerni cementi**

Wilson i Kent 1969. god. razvili su originalni SIC pokušavajući prevladati nedostatke silikatnog i polikarboksilnog cementa. SIC je nastao kombinirajući svojstva silikatnog cementa (čvrstoću, krtost i otpuštanje florida) sa svojstvima poliakrilne kiseline, a to su biokompatibilnost i adhezijska svojstva. Prvi SIC nazvan je ASPA po svojim osnovnim sastojcima.

K SIC-evi stvrđavaju kiselobaznom reakcijom koja se odvija u četirima fazama. Prvi K SIC-evi bili su hidrolitički nestabilni u ranoj fazi stvrđavanja. Ovisno o okolini, na zraku su bili skloni otpuštanju vode i dehidraciji, dok je prerano izlaganje vodi vodilo do primanja vode i gubitka iona. Ovaj period hidrolitičke nestabilnosti materijala trajao je i do 24 sata i zahtijevao je zaštitu materijala od promjena ravnoteže vode (6). Njihova svojstva poboljšavala su se kroz vrijeme (ubrzavao se proces stvrđavanja uklanjanjem iona kalcija), a danas im je glavna namjena izrada definitivnih ispuna na mliječnim i trajnim zubima (15, 18).

#### **1.3.1.1. Visokoviskozni staklonoionomerni cementi**

Povećanjem omjera praška i tekućine u K SIC razvili su se visokoviskozni ili kondezibilni SIC-evi. Zahvaljujući većem udjelu praška imaju bolja mehaničkih svojstava nego K SIC-evi. Primjenjuju se kao materijal izbora u atraumatskome restorativnom tretmanu (ART-tehnika) zbog dobrih fizičkih i kemijskih svojstava. Pokazali su se dobrim i kao zamjena amalgamu za restauracije na stražnjim zubima te su našli svoje mjesto za primjenu i u mliječnoj i trajnoj dentaciji (19).

#### **1.3.1.2. Metalima pojačani staklonoionomerni cementi**

Dodavanje metalnih iona u stakleni prašak dovelo je do razvoja metalom pojačanih SIC-a koji su prvi put predstavljani 1977. god. Oni nastaju miješanjem staklenog praška s legurom srebra ili stapanjem staklenog praška s česticama metala. Potonji, koji nastaju sintezom stakla s česticama srebra, nazivaju se cermeti (20). Utjecaj na poboljšanje mehaničkih svojstava dodavanjem metala još je uvijek kontroverzno pitanje (21). Dok jedni istraživači nisu našli znatan utjecaj metala na čvrstoću u odnosu na K SIC-eve (Tjan i Morgan (22); Beyls i sur. (23)), drugi su ga uspjeli dokazati (Kerby i Bleirholder (24); Williams i Billington (25)). Pokazali su kako se dodavanjem metala povećavaju fizikalna svojstva materijala. Metalni udio u materijalu vodi do čvršćeg materijala i materijala otpornijeg na lomove (24). Metalni dio apsorbira mehanički stres i reducira krtost cementa (14).

Stvrđavaju se kiselobaznom kemijskom reakcijom, a primjenjuju se za izradu ispuna u stražnjoj regiji te za restauracije zuba nosača protetskih nadomjestaka u protetici. Danas se ipak sve manje primjenjuju zbog loših estetskih svojstava (20).

### 1.3.2. Smolom modificirani staklenoionomerni cementi

Da bi se poboljšala fizička svojstva K SIC-eva, 1980. god. razvijeni su SM SIC-evi (26). Prvi svjetlosno polimerizirajući SM SIC (SP SM SIC) na tržištu se pojavio 1992.god. Njihova jednostavna verzija nastala je dodavanjem smolastog monomera topivoga u vodi, 2-hidroksietilmetakrilata (HEMA), u vodenu otopinu poli(akrilne) kiseline. Današnji SM SIC osim polikarboksilne kiseline, vode i monomera sadrže i odgovarajuću količinu inicijatora polimerizacije. Sastav i struktura fluoroaluminosilikatnog stakla u SM SIC-u u osnovi je slična kao u K SIC-eva. U biti su SM SIC-evi hibridni materijali nastali kombinacijom svojstava K SIC-eva sa svojstvima kompozitne smole.

Tijekom stvrdnjavanja SM SIC-eva odvijaju se istodobno dvije kemijske reakcije prikazane na slici 1. Uvođenjem monomera modificiran je kemijski proces SIC-ove reakcije stvrdnjavanja (10). Osnovna kiselo-bazna reakcija započinje miješanjem praška i tekućine. Reakcija traje nekoliko minuta, iako se daljnja maturacija nastavlja kroz vrijeme (1, 20-28). Kiselo-bazna reakcija popraćena je polimerizacijom metakrilatnih monomera posredovanom slobodnim radikalima, dok se obje reakcije događaju istodobno, ako nisu prekinute. Polimerizacija monomera može biti inducirana kemijski ili fotokemijski, ovisno o sustavu inicijacije koji se primjenjuje. Autopolimerizirajući SM SIC (AP SM SIC) sadrže kemijske inicijatore polimerizacije kao što su najčešće benzoil peroksid i tercijarni amini. Za SP SM SIC koriste se fotokemijski inicijatori kao što je kamforkinon (s maksimumom apsorpcije na 468 nm).

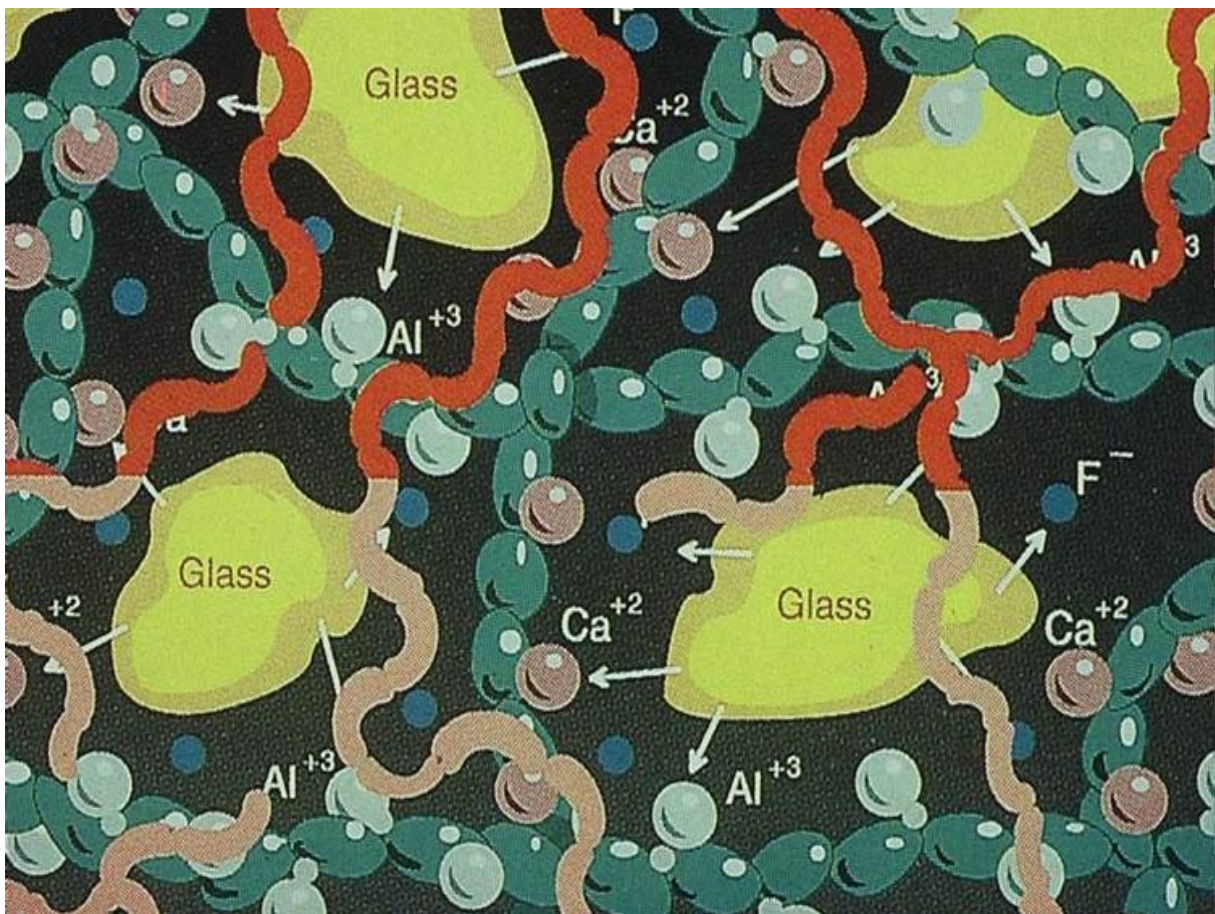
Stoga SM SIC-evi koji su danas dostupni na tržištu mogu biti:

- dvostruko stvrdnjavajući: svjetlom aktivirana polimerizacija + kiselo-bazna reakcija ili kemijski aktivirana polimerizacija + kiselo-bazna reakcija
- trostruko stvrdnjavajući: svjetlom aktivirana polimerizacija + kiselo-bazna reakcija + kemijski aktivirana polimerizacija zahvaljujući redoks-katalizatoru koji se aktivira u prisustvu vode (18, 29).

Stvrdnuti SM SIC ima složenu strukturu međusobno isprepletenih mreža poli(HEMA) i poliakrilatnih soli u kojima su smješteni nereagirani, preostali dijelovi čestica stakla (27).

U ranoj fazi procesa stvrdnjavanja prisutan je kompetitivni odnos između navedenih polimerizacije monomera i kiselo-bazne reakcije (30, 31) i postoji osjetljiva ravnoteža između tih dvaju procesa (31). Na polimerizaciju metakrilata utječe hidrofilni medij u kojem se odvija kiselo-bazna reakcija, dok na kiselo-baznu reakciju utječe relativno više hidrofobna smola.

Kako stvrdnjavanje napreduje, mobilnost reaktivnih tvari dodatno otežava porast viskoznosti reaktivnog medija (32). Svjetlosna polimerizacija SM SIC-a ima prednost u kliničkom radu, budući da polimerizirani monomer odmah štiti kiselo-baznu reakciju od problema s ravnotežom vode i stabilizira stvrdnjavajući cement, što omogućuje nastavak kliničkog postupka. Kiselo-bazna reakcija odvija se i dalje, ali mnogo sporije. Iako se materijal može završno oblikovati i polirati neposredno nakon polimerizacije, preporučeno je odgođeno poliranje. Međutim, dehidracija ostaje potencijalni problem. Svi SIC-evi postižu veću translucencije nakon sedam dana u odnosu na tek postavljene SIC-eve, što rezultira estetskim poboljšanjem (27, 33, 34).



Slika 1. Reakcija polimerizacije smolom modificiranih staklenoinomernih cemenata. (Preuzeto iz: Mount GJ. An Atlas of glass-ionomer cements: A Clinician's Guide. 3rd. Ed. Martin Dunitz, London, 2001.p.7.)

#### 1.4. MEHANIZAM STVRDNJAVANJA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA

Mehanizam stvrđnjavanja temelji se na kiselobaznoj reakciji između poli(akrilne) kiseline i staklenog praška. Miješanjem odgovarajućih omjera praška i tekućine pokreće se složena kemijska reakcija. Tijek kemijske reakcije ovisi o sastavu i veličini čestica praška te o sastavu, molekularnoj težini i koncentraciji kiseline.

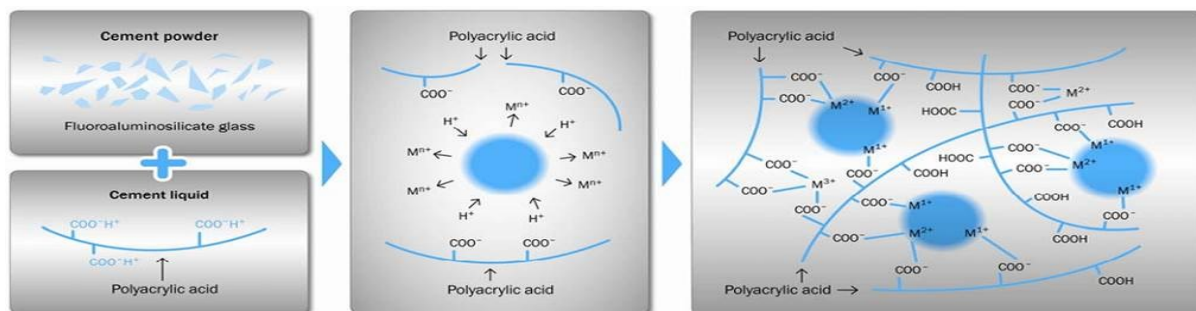
Prema Nicholsonu (10) reakcija stvrđnjavanja K SIC-eva odvija se u četiri faze:

1. faza (faza oslobađanja iona) – odmah nakon miješanja, djelovanjem vodene otopine poliakrilne kiseline na površinu staklenih čestica oslobađaju se ioni  $\text{Ca}^{2+}$  i  $\text{Al}^{3+}$ ;
2. faza (faza hidrogela) – odvija se kroz pet minuta od početka miješanja materijala. Ioni  $\text{Ca}^{2+}$  reagiraju s lancima poliakrilne kiseline, na što se nastavlja sporija reakcija  $\text{Al}^{3+}$  iona koji se postupno oslobađaju iz anionskog kompleksa. Tom se reakcijom istiskuje voda iz nekih hidracijskih mjesta i dolazi do ionskog umrežavanja (poprečnog povezivanja) polikiselinskih lanaca (proces stvrđnjavanja materijala);
3. faza (faza stvrđnjavanja) – postupna hidracija anorganskih fragmenata koja dovodi do povećanja čvrstoće, otpornosti na dehidraciju i poboljšanja translucencije. Umrežavanje se završava zahvaljujući sporijem otpuštanju iona  $\text{Al}^{3+}$ . Stvrđnuti materijal ima formu polisoli koja okružuje nepotpune reagirale čestice stakla. Al-poliakrilati su netopivi.
4. faza (faza sazrijevanja ili maturacije) – reakcija se nastavlja nakon stvrđnjavanja i raste jačina intermolekularne sile veze.

Konačan produkt opisane kiselobazne reakcije je kompleks sastavljen od preostalih neragiranih dijelova originalnih čestica stakla koje su obavijene silicijevim hidrogelom i ugrađene u matriks koji čine kalcijeve i aluminijske poliakrilatne soli (5). Nereagirane jezgre čestica stakla ostaju kao punilo u matriksu. Slika 2. prikazuje kemijsku reakciju stvrđnjavanja K SIC-eva (35).

Istodobno sa stvaranjem poliakrilnih lanaca sa iona  $\text{Ca}^{2+}$  i  $\text{Al}^{3+}$ , određena količina fluorida otpušta se iz stakla u obliku mikrokapljica koje su slobodne u matrici i ne utječu na fizikalna svojstva cementa. Određena količina fluorida nalazi se u matrici vezano s ionima aluminija, a njegovo otpuštanje rezultat je reakcije izmjene iona. Na taj se način fluorid može otpustiti iz ispuna, a isto se tako i vratiti u njega. Fluoridi čine oko 20 % čestica stakla. Miješanjem i

stvrđnjavanjem cementa ioni fluorida ugrađuju se u matricu iz koje su dostupniji za oslobađanje nego iz čestica stakla.



Slika 2. Reakcija stvrđnjavanja konvencionalnih staklenoionomernih cementa. (Preuzeto iz: Lohbauer U. Dental Glass Ionomer Cements as Permanent Filling Materials? –Properties, Limitations Future Trends. *Materials* 2010; 3(1):76–96.)

Negdje između 11 % i 24 % stvrđnutog cementa je voda pa se za stakleni ionomer može reći da je materijal na bazi vode, odnosno hidrofilni materijal. Udio vode dijeli se na „slabo vezanu vodu“ koja se može lako odstraniti dehidracijom i na „čvrsto vezanu vodu“ koja se ne može odstraniti i ostaje važan dio reakcije stvrđnjavanja kao i završno stvrđnutog cementa. U ranijim stadijima nakon miješanja i prije završnog stvrđnjavanja lanci kalcijeva poliakrilata još su uvijek visoko topivi u vodi te se još vode može primiti u nestvrđnuti cement. Suprotno tomu, slabo vezana voda može se izgubiti isparavanjem ako je cement izložen zraku (15).

Voda igra važnu ulogu u procesu stvrđnjavanja cementa. U ranim fazama stvrđnjavanja voda iz tekućeg dijela cementa potpuno je ugrađena u cementnu strukturu. Zbog toga, tijekom procesa stvrđnjavanja cement mora biti zaštićen od dodatne vode kako bi se spriječilo otapanje metalnih kationa. Nakon stvrđnjavanja cementa voda zauzima različite lokacije oko metalnih kationa ili oko polianionskog lanca. U toj fazi gubitak vode uzrokuje pucanje cementa i njegov kredast izgled. S vremenom, odnosno maturacijom ili sazrijevanjem cementa, smanjuje se udio „slabo vezane vode“ u odnosu na udio „čvrsto vezane vode“ (35).

SIC-evi su osjetljivi na vodu, posebno na njezin gubitak prije nego što cement potpuno maturira, te se preporuča zaštita površine cementa voodopornim sredstvom (lakovima ili premazima na bazi smole) (15). Iako je kliničko stvrđnjavanje završeno nakon nekoliko minuta, faza „maturacije“ cementa nastavlja se tijekom sljedećih mjeseci. To je uglavnom zbog spore reakcije aluminijevih iona, za što je glavni uzrok osjetljivost postavljenog materijala na ravnotežu vode. Postavljeni materijal mora biti zaštićen od kontaminacije

slinom nekoliko sati, inače površina postaje slaba i neprozirna, te od gubitka vode nekoliko mjeseci, inače se materijal skuplja, puca i može se odvojiti (33).

## **1.5. SVOJSTVA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA**

### **1.5.1. ADHEZIJA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA**

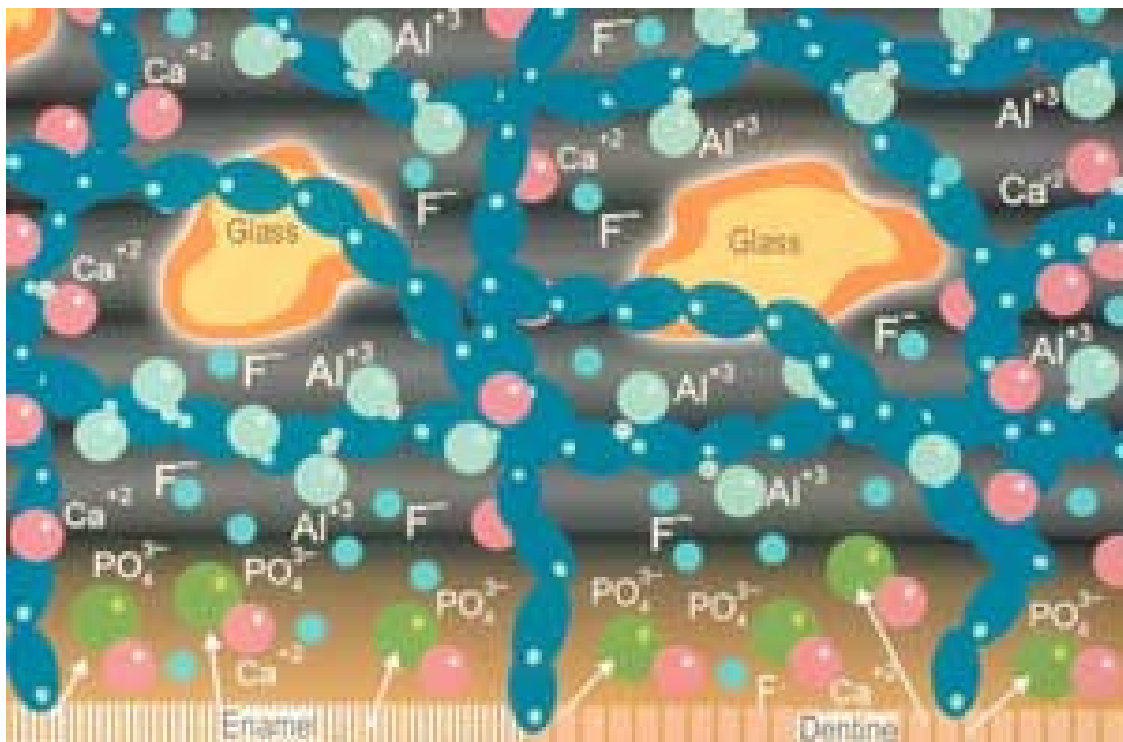
Važno svojstvo SIC-eva jest kemijska adhezija za tvrda zubna tkiva (caklinu, dentin, cement) koja se temelji na stvaranju mikromehaničke i kemijske veze. Mehanizam vezanja SIC-eva s tvrdim zubnim tkivima vrlo je složen proces. SIC-evi imaju svojstvo bioaktivnosti, tj. mehanizam adhezije temelji se na difuziji i apsorpciji iona (10).

Na slici 3. prikazana je adhezija SIC-a za tvrda zubna tkiva temeljena na stvaranju kemijske veze (15). Veza između cementa i tvrdih zubnih tkiva ostvaruje se ionskom izmjenom na mjestu dodira cementa i zuba. Pojednostavljeno rečeno, ionska veza ostvaruje se između slobodnih hidrofilnih karboksilnih grupa (-COO) iz poli(akrilne) kiseline i kalcijevih iona ( $\text{Ca}^{2+}$ ) iz površine cakline i dentina/ kalcij hidroksilapatita.

Lanci poliakrilne kiseline ulaze na površinu hidroksilapatita i premještaju fosfatni ion. Fosfatni ioni (negativno nabijeni) i kalcijevi ioni (pozitivno nabijeni) premještaju se iz hidroksilapatita u nestvrdnuti cement, što dovodi do stvaranja sloja obogaćenog ionima između SIC-a na jednoj strani i hidroksilapatita na drugoj strani. Sloj obogaćen ionima čine ioni kalcija i fosfata iz hidroksilapatita i ioni aluminija, silikata, fluorida i kalcija i/ili stroncija (ovisno o sastavu stakla) iz SIC-a (33, 36).

Taj sloj mikromehaničke i kemijske sveze debeo je oko 1  $\mu\text{m}$ , koliko iznosi površinska demineralizacija tkiva (10).





Slika 3. Adhezija konvencionalnih staklenoionomernih cemenata na caklinu i dentin. (Preuzeto iz: Mount GJ. *An Atlas of glass-ionomer cements: A Clinician's Guide*. 3rd. Ed. Martin Dunitz, London, 2001.)

Ionska veza između karboksilnih skupina iz cementne kiseline i kalcijevih iona iz struktura zuba potvrđena je s pomoću X-zraka fotonske spektrometrije. Mjerenje jačine veze (adhezije) SIC-a na caklinu i dentin komplicirano je zbog lomljivosti SIC-a. Laboratorijski testovi jačine adhezije SIC-a na tvrda zubna tkiva vrlo često rezultiraju kohezivnom frakturom u samom cementu, a ne lomom unutar sloja obogaćenog ionima. Dakle, stvarna jakost adhezije sloja obogaćenog ionima na caklinu i dentin nije poznata; obično se navode vrijednosti u rasponu od 3 do 10 MPa (33).

SM SIC-evi također adheriraju na caklinu i dentin (10). Kemijska veza s caklinom kod nekih SM SIC-eva može se postići s ili bez kondicioniranja. No, mnogi proizvođači preporučuju neke oblike kondicioniranja sugerirajući da adhezija nije tako jednostavna kao kod K SIC-eva (37). Kako bi se postigao sloj izmjene iona, potrebno je pripremiti površinu kaviteta. U kliničkim uvjetima to se postiže nanošenjem „kondicionera“, sredstva koje u svom sastavu sadrži 10 – 20% poliakrilnu kiselinu, na površinu kaviteta u trajanju od 10 sekundi. Tim se odstranjuje zaostati sloj dentina i sve druge eventualne nečistoće u kavitetu (38).

Poliakrilna kiselina sastavnica je i samoga staklenog ionomera pa svako njezino eventualno zaostajanje u kavitetu nakon kondicioniranja neće omesti reakciju stvrđivanja cementa. Poliakrilna kiselina modificira površinsku napetost na stijenkama kaviteta zuba te time poboljšava vlaženje. Uporaba jače kiseline kao što je 37%-tna ortofosforna kiselina ne preporuča se za predtretman dentina prije postavljanja staklenog ionomera. Jaka kiselina u velikoj mjeri demineralizira dentin te se time smanjuje broj raspoloživih iona za postizanje sloja izmjene iona preko kojeg se i ostvaruje veza staklenog ionomera i zubnog tkiva (18).

Snaga veze K SIC-eva i SM SIC-eva manja je od snage veze koju ostvaruju kompozitni materijali, ali je njezina trajnost velika zbog bioaktivne povezanosti SIC-eva i zuba. S vremenom snaga veze raste (39). Kondicioniranjem zubnih struktura povećava se snaga veze staklenih ionomera i ostvaruje se bolja adhezija za tvrda zubna tkiva.

Mnoga istraživanja pokazala su smanjenje mikropopuštanja i povećanje adhezije staklenih ionomera na zubne površine upotrebom različitih kondicionera. U tu svrhu korištene su razne kiseline: 5%-tna i 12%-tna limunska kiselina, 10%-tna, 20%-tna i 25%-tna akrilna kiselina, 17%-tna etilendiamin tetraoctena kiselina (EDTA) i 35%-tna fosforna kiselina. Smanjenje mikropopuštanja upotrebom kondicionera objašnjeno je time što se djelovanjem kondicionera uklanjaju prljavštine, uklanja se zaostatni sloj, ostvaruje se blagi demineralizirajući efekt i stvaraju mikropore u caklini i dentinu, što rezultira povećanjem površina za mikromehaničku i kemijsku vezu. Glasspoole i sur. (40) dokazali su veću snagu adhezije K SIC-a (Fuji II) ako je površina cakline tretirana 10%-tnom poliakrilnom kiselinom kroz 20 sekundi ili 35%-tnom fosfornom kiselinom kroz 15 sekundi.

20%-tna poliakrilna kiselina odličan je kondicioner jer ima malen utjecaj na zubna tkiva; uklanja zaostatni sloj i demineralizira površinu bez otvaranja dentinskih tubula više nego što je to potrebno. U istraživanju Tanumiharja i sur. (41) nakon upotrebe 20%-tne akrilne kiseline SEM-om (engl. *Scanning electron microscope*) je potvrđena odsutnost zaostatnog sloja u dentinskim tubulima, a dentinski su tubuli ispunjeni matricom cementa. 17%-tna EDTA također uzrokuje blagu demineralizaciju koja olakšava prožimanje dentina i adheziju s površinski oslobođenim mineralima.

35%-tna fosforna kiselina uz uklanjanje zaostatnog sloja uklanja i veliku količinu minerala te smanjuje količinu površinskih iona kalcija i fosfora potrebnih za adheziju. Fosforna kiselina pretjerano otvara dentinske tubule. To može biti važno pri upotrebi SM SIC-a gdje lanci hidroksietilmetakrilata prožimaju dentinske tubule i isprepliću kolagenu mrežu te je od velike

važnosti za povećanje adhezije SM SIC-a. No, kod K SIC-eva upotreba fosforne kiseline nema prednosti jer se K SIC-evi vežu čak i na caklinu bez otklanjanja zaostatnog sloja (42).

### **1.5.2. OTPUŠTANJE FLUORIDA**

Sposobnost otpuštanja fluorida i njegova mogućnost remineralizacije jedano je od važnih svojstava SIC-eva. Fluoridi su prisutni u česticama stakla, a iz njih se oslobađaju pri miješanju s poliakrilnom kiselinom. Mehanizam oslobađanja fluorida je složen i nije u potpunosti razjašnjen. Većina fluorida oslobađa se kao natrij fluorid tijekom kiselo-bazne reakcije i ostaju slobodni u matriksu. Oni se od tamo mogu otpustiti bez utjecaja na fizikalna svojstva cementa. SM SIC-evi imaju sličnu dinamiku oslobađanja fluorida, iako za obje vrste materijala dinamika oslobađanja i količina oslobođenih fluorida ovisi o materijalu. Prisutnost fluorida povećava prozirnost i čvrstoću cementa. Oslobađanje fluorida iz SIC-eva najveće je i najbrže u prvih nekoliko dana i smanjuje se tijekom nekoliko tjedana te održava nisku razinu mjesecima. No, SIC-evi imaju i svojstvo da se mogu "napuniti" fluoridima, što je rezultira naknadnim kratkotrajnim povećanim otpuštanjem. Taj potencijal SIC-eva naziva se „efekt spremnika“ (33).

### **1.5.3. KOEFICIJENT TOPLINSKE EKSPANZIJE**

Koeficijent toplinske ekspanzije (KTE) K SIC-a vrlo je sličan onome dentinskog tkiva. Zahvaljujući tom svojstvu SIC ima dobru marginalnu adaptaciju (2). Spora reakcija stvrdnjavanja SIC-a osigurava nisko skupljanje, a apsorpcija vode iz oralnog okruženja doprinosi relaksaciji skupljanja i malom konačnom stresu na spoju staklenog ionomera i zuba. Zahvaljujući niskom stresu McLean i sur. navode da su SIC superiorni materijali u marginalnom brtvljenju kaviteta (43).

## **1.6. GIOMERI**

Giomeri su materijali temeljeni na smoli te su osnovnim sastavom slični sastavu kompozitnih materijala, ali za razliku od kompozita kao punilo sadrže već izreagirano staklenoionomernu komponentu nazvanu prethodno reagirano staklo (PRG). S obzirom na da su giomeri hibridi kompozitnih materijala i SIC-a, važno je naglasiti da posjeduju stanovita svojstva SIC-a (otpuštanje fluorida) ali i svojstva kompozitnih materijala, tj. ljepši izgled u odnosu na SIC, lakše poliranje i izdržljivost.

### 1.6.1. Sastav giomera (Beautiful II)

- Bisfenol A glicidil dimetakrilat (Bis-GMA)
- TEGDMA
- anorgansko stakleno punilo
- aluminoksid, silica ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )
- predhodno reagirano staklo (S-PRG)
- DL-kamforkinon (44).

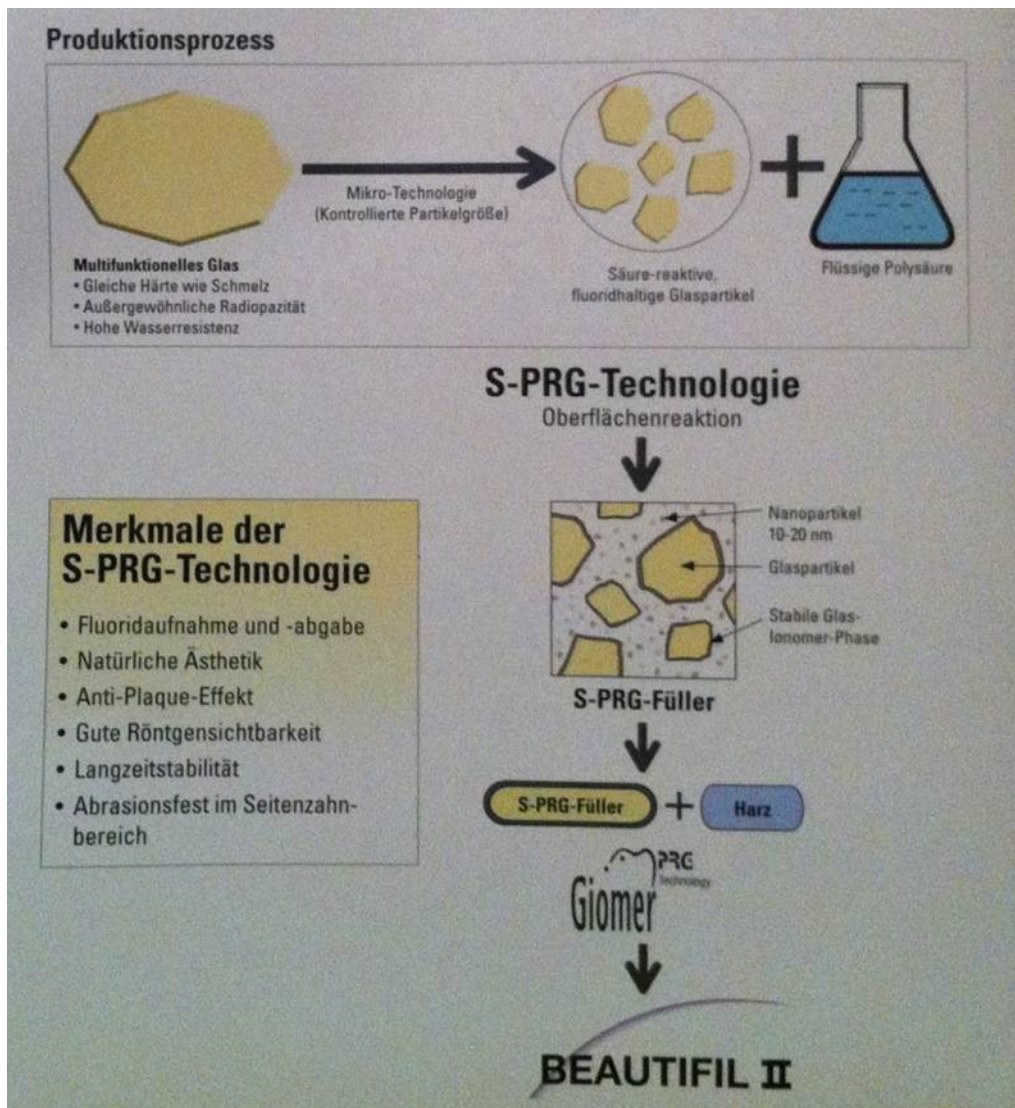
PRG punilo čini staklenoionomernu komponentu puno stabilnijom.

Na slici 4 prikazana je proizvodnja čestica PRG punila posebnim tvorničkim procesom nazvanim PRG-tehnologija.

PRG punila dobivaju se potpunom ili djelomičnom reakcijom staklenoionomernog praška s polikarboksilnim kiselinama pa razlikujemo dvije vrste punila:

- površinski prereagirano staklo - S-PRG (Surface Pre Reacted Glass Ionomer); glavni predstavnik skupine jest BEAUTIFUL II (Shofu, San Marcos, USA)
- potpuno prereagirano staklo - F-PRG (Full Pre Reacted Glass Ionomer); glavni predstavnik skupine jest REACTMER (Shofu, San Marcos, USA) (44).

Nakon reakcije staklenoionomernog praška i poliakrilatne kiseline i materijal se suho smrzne, melje i obrađuje silanom. Giomeri stoga nemaju gel fazu koja je karakteristika SIC-eva. Posljedično, zbog sadržaja PRG-čestica giomeri imaju mogućnost otpuštanja fluorida u vlažnim uvjetima (45).



Slika 4. Priprema PRG-čestica stakla prethodnom kiselobaznom reakcijom i njihovo uklapanje u strukturu giomera. Preuzeto (46)

Giomeri su svjetlosno polimerizirajući materijali te zahtijevaju upotrebu adhezijskih sustava za vezu sa strukturom zuba (47).

## **1.7. DIMENZIJSKE PROMJENE STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA**

Suvremena restaurativna dentalna medicina još uvijek je suočena s problemom rubne pukotine. Adhezivna tehnologija, tj. izravno kemijsko vezanje i/ili mikromehanička adhezija na zubnu strukturu, nije riješila problem rubne pukotine i posljedičnog mikropropuštanja.

Stoga, polimerizacijska kontrakcija odgovorna je za mnoge probleme u estetskoj restaurativnoj stomatologiji (48). Dimenzijske promjene tijekom stvrdnjavanja materijala mijenjaju strukturu materijala i utječu na adheziju koja ako nije zadovoljavajuća jako doprinosi stvaranju rubne pukotine popraćene mikropropuštanjem, što za posljedicu može imati nastanak sekundarnog karijesa i iritaciju pulpe (2, 4). Sličan koeficijent toplinske ekspanzije restaurativnog materijala i zuba igra važnu ulogu u minimiziraju adhezivnog stresa i rubnog mikropropuštanja. Prema podacima iz literature, dimenzijske promjene su važan faktor za dugotrajnost restauracija. Dimenzijske promjene materijala i prateći stres ovise o stupnju skupljanju tijekom stvrdnjavanja i elastičnosti materijala (48, 49). Polimerizacija kompozitnih smola može se podijeliti na pre- i post-gel fazu. Tijekom pre-gel faze, molekule monomera mogu se kretati unutar polimerne mreže te se tako smanjuje polimerizacijski stres. Međutim, u post-gel fazi monomeri su imobilizirani porastom viskoznosti polimerne matrice, što rezultira velikim stresom u samom zubu i na adhezivnoj površini (49,50). Postupna polimerizacija materijala je preporuka za smanjenje polimerizacijskog stresa i posljedičnog mikropropuštanja (51).

Skupljanje direktnih restaurativnih materijala ovisi o mnogim čimbenicima. Primjeri navedenih čimbenika jesu vrsta monomera i koncentracija katalizatora i/ili inicirajućeg sustava jer oni određuju gustoću polimerne mreže. Druge važne čimbenike u skupljanju čini udio čestica, vrsta, veličina i oblik čestica punila. Sve ovo ranije navedeno, s istom kompleknošću može se primjeniti i na SIC-eve (43).

Dimenzijske promjene materijala tijekom stvrdnjavanja mogu se opisati kao volumna ili linearna kontrakcija. Određivanja volumne kontrakcije materijala u osnovi su slobodna mjerenja skupljanja i daju kontrakciju stvrdnjavanja prije i poslije gel točke. Određivanje linearne kontrakcije više ili manje je "otežano" i stoga se smatra skupljanjem poslije gel točke (53). Gel točka definirana je trenutkom u kojem materijal prelazi iz viskozno plastične u rigidno elastičnu fazu. Zbog tih razloga, različite vrijednosti linearnih skupljanja teško je

usporediti i u različitim istraživanjima nalazimo za isti proizvod vrijednost linearnog skupljanja u rasponu od 0,2 vs 2,0% (53).

Najčešće metode za određivanje volumne kontrakcije temelje se na mjerenjima dilatometrijskim postupcima (vodeni ili živin dilatometar) (53). Dilatometar je mjerni instrument za mjerenja promjene volumena tvari mjerenjem promjene visine tekućine u kapilari povezane sa rezervoarom u kojem se nalazi testirani materijal. Ovisno o vrsti dilatometra tekućina je voda ili živa. No, problem dilatometrijske metode vezan je uz neprozirnost žive i lošiji pristup izvora svjetlosti kod ispitivanja svjetlosno polimerizirajućih materijala te osiguravanja klinički zadovoljavajuće konverzije materijala. U istraživanju Feilzer i sur. (43) koristili su živin dilatometar za mjerenje skupljanja kompozita i SIC-eva. Razlika njihovog dilatometra u odnosu na ranije bila je smještaj žive u staklenu cijev na vrhu koje se nalazio drveni pluto koji se spuštao tijekom skupljanja materijala. Informacije o njegovom pomaku skupljane su pomoću bezkontaktnog pretvarača. Volumne promjene SM SIC-eva metodom hidrostatskog principa određivali su Attin i sur. (2) uz pretpostavku da promjena plovnosti materijala u vodi ovisi o volumnoj promjeni materijala.

Osim volumno, skupljanje materijala određuje se i linearno. Tako Watts i Cash (53) koriste neizravnu metodu „odstupajućeg diska“ (engl. *deflecting disk*), kojom su izračunali volumnu kontrakciju iz linearnog pomaka diska smještenog na mjedenom prstenu u kojem je centralno smješten materijal. Pomak diska snima se kamerom spojenom na kompjutor te se izračunava skupljanje materijala iz pomaka u  $\mu\text{m}$  i vremena. Ispitivali su skupljanje svjetlosno polimerizirajućih materijala (kompozita i SM SIC-eva) (53). Grajower i Guelmann (55) odredili su linearno skupljanje SIC-eva metodom linearnog pretvornika (engl. *LVDT, linear displacement transducer*) koja se temelji na metodi Watts-a i Cash-a. Ispitivali su utjecaj različitih uvjeta ispitivanja na dimenzijske promjene SIC-eva. U njihovom istraživanju mjerene su dimenzijske promjene materijala osam minuta nakon miješanja te tijekom tri sata uzoraka pohranjenih u vodi, na suhom ili vlažnom zraku (55). U većini prethodnih studija izmjerene su ukupne dimenzijske promjene koje se događaju tijekom stvrdnjavanja materijala (56– 61). U istraživanju Bryant i Mahler (48) mjereno je volumno skupljanje SIC-eva, SM SIC-eva i kompozitnih materijala iz linearnog pomaka po ranije opisanoj metodi Watts i Cash-a. Skupljanje je mjereno pet min nakon pripreve materijala.

## 1.8. MEHANIČKA SVOJSTVA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA

Otpornost SIC-a uvjetovana je brojnim faktorima kao što su: kemijski sastav, struktura stakla, koncentracija i molekularna težina polikarboksilne kiseline, kao i o omjer praška i tekućine. Svi ti faktori utječu i na mehanička svojstva SIC-eva, bez obzira na to je li riječ o njihovu poboljšanju ili pogoršanju kroz vrijeme (62).

Omjer praška i tekućine utječe na mehanička svojstva SIC-eva na način da cementi koji sadrže veću količinu praška imaju bolja mehanička svojstva. Većim omjerom praška i tekućine dobiveni su cementi veće čvrstoće, brzog stvrdnjavanja i veće otpornosti na utjecaj vlage (63). Ta je korelacija objašnjena česticama praška koje ostaju nereagirane zbog manje količine kiseline. Pretpostavlja se da nereagirane čestice ugrađene u matricu sprečavaju pucanje unutar cementa. Količina praška ima izravnu korelaciju s tlačnom čvrstoćom (engl. *compressive strength* (CS)), poroznošću i otpornošću na trošenje, a neizravnu korelaciju ima s topljivosti, radnim vremenom i vremenom stvrdnjavanja. Manja količina praška u preporučenoj količini tekućine rezultirala je cementom visokog stupnja poroznosti i produljenog vremena stvrdnjavanja. Po tome je jasno da omjer praška i tekućine značajno utječe na mehanička svojstva SIC-eva i na njihovu kliničku primjenu. Omjer praška i tekućine za kliničku primjenu može varirati kod različitih proizvođača zbog nekoliko faktora. Varijacije svojstava ručno zamiješanih cemenata proizlaze iz loše vizualne procjene prilikom uzimanja praška žlicom. Također i kapljica koja se dozira može varirati volumenom zbog prejakog naginjanja bočice te zbog oblika otvora bočice, kao i zbog prisustva mjehurića zraka u bočici. No, i pri točnoj uporabi varijacije u omjeru praška i tekućine kreću se između 2 – 8 % (63, 64). Da bi se eliminirao taj problem, dizajnirani su kapsulirani SIC-evi (65). U kapsulama je omjer praška i tekućine tvornički određen što osigurava standardnost kvalitete materijala. No usprkos tom pokušaju, istraživanja su pokazala da i u kapsuliranim SIC-evima postoje varijacije u omjeru praška i tekućine (oko 6 %) (63).

Važno je naglasiti utjecaj koncentracije i molekularne težine polikarboksilne kiseline. Guggenberger i sur. (14) dokazali su na eksperimentalnom cementu da maksimalna savojna čvrstoća (eng. *flexural strength* (FS)) iznosi oko 30 Mpa i neovisna je o molekularnoj težini ako je odabrana odgovarajuća koncentracija kiseline. To dovodi do pretpostavke da je fleksijska čvrstoća u prvom redu uvjetovana gustoćom dostupnih karboksilnih grupa prije



nego dužinom polimerizacijskih lanaca. Visoka gustoća karboksilnih grupa može se postići visokom koncentracijom kratkih polikiselinskih lanaca ili niskom koncentracijom dugih lanaca. Sve preko tog limita vodi smanjenju savojne čvrstoće uglavnom zbog viskoznosti i manipulacijskih karakteristika. Molekularna težina i koncentracijski omjer optimiziran je da bi se postigao minimum viskoznosti tekućine, što je osnova za visok omjer praška i tekućine. Viskoznost se osim visokim omjerom praška i tekućine može postići i dodatkom polikiseline u suhom oblika. Modifikacije na strani kiseline zahtijevaju i promjene u česticama praška. Potrebna je posebna priprema staklenih čestica i njihova optimalna veličina da bi se zadržala brza reakcija stvrdnjavanja (14). Dodavanjem različitih dodataka SIC-eva mijenjala su se njihova svojstva, uključujući i mikrotvrdoću.

### **1.8.1. MIKROTVRDOĆA**

Ispitivanje tvrdoće je najčešće uporabljeno ispitivanje na području mehaničkih svojstava materijala, unatoč tome što mehanička svojstva utvrđena ispitivanjem tvrdoće nisu fizikalno jednoznačno definirane veličine. Razlog tome je s jedne strane, što je tvrdoća u korelaciji s nekim drugim mehaničkim svojstvima (npr. vlačnom čvrstoćom), a s druge strane mjerenje tvrdoće je jednostavnije i prije svega brže od ispitivanja nekih drugih mehaničkih značajki. Prema primjenjenim silama ispitivanjima se mjere makro-, mikro- i nanotvrdoća. Uobičajeno korišteni nazivi mikro- i nanotvrdoće se ne odnose na različite tvrdoće, nego su ovisne o tome da li se otisak utiskivača mjeri prema mikro- ili nano-skali (66). Mikrotvrdoća je definirana kao otpornost materijala na utisnuća. Gledano s aspekta stomatološke struke, definirana je kao mehaničko svojstvo koje određuje otpornost materijala na okluzijske sile (66, 67). Neke od metoda za mjerenje mikrotvrdoće jesu: metoda po Brinellu, Pfaffu, Vickersu, Knoopu, Rockwellu. Sve navedene metode koriste utiskivač a mikrotvrdoća se matematički izračunava iz površine utisnuća i primjenjene sile (66). Uobičajena geometrija utiskivača koji se koriste je četverostrana piramida kod Vickers-a, kuglica kod Brinell-a, stožac kod Rockwell-a i romboidna piramida kod Knoop-a. Knoop-ova metoda je za razliku od Vickers-ove osjetljivija na pripremu površine i prikladnija za mjerenje pravokutnih uzoraka, vrlo tvrdih i krhkih materijala te vrlo tankih presjeka odnosno tankih površinskih slojeva, dok se metoda po Vickers-u općenito rabi za ispitivanje manjih uzoraka simetričnog oblika (68–71).

Mikrotvrdoća prema Vickersu mjerena je u istraživanju Ellakuria i sur. (62). Oni su ispitivali utječe li dodavanje smole u SIC-eve na povećanje površinske mikrotvrdoće tijekom perioda

od jedne godine za uzorke pohranjene u vodenom mediju i dokazali su promjene u mehaničkim svojstvima SIC-eva tijekom ispitivanog vremena. Utjecaj površinske hrapavosti na mikrotvrdoću SIC-eva ispitali su Bala i sur. (73). No, nije pronađena korelacija između površinske hrapavosti i mikrotvrdoće. Zaključili su da na površinsku hrapavost i mikrotvrdoću utječe sastav materijala te da K SIC-evi unatoč većoj površinskoj hrapavosti imaju veću mikrotvrdoću (73).

Mikrotvrdoća SIC-eva ovisi i o stupnju maturacije materijala i fazi reakcije stvrdnjavanja. Unatoč tome što se najveći stupanj spajanjem iona aluminija i kalcija s poliakrilnom kiselinom ostvaruje nakon jednog dana te se postiže određena stabilnost u mehaničkim svojstvima SIC-eva, početna svojstava SIC-eva podložna su promjeni tijekom vremena, odnosno maturacije materijala. Smatra se da je za dodatni porast njihove čvrstoće tijekom maturacije odgovorna silikatna faza oko nereagiranih čestica stakla (62, 74).

Zbog sadržaja HEMA-e u SM SIC-evima važno je ostvariti adekvatnu polimerizaciju smolaste komponente, kako bi se osigurala dobra mehanička svojstva i trajnost materijala. Osim faktora vezanih uz tip materijala, učinkovitost polimerizacije ovisi o tipu polimerizacijskog uređaja, inteziteti svjetlosti i vremenu izloženosti (53). Danas se koriste različiti polimerizacijski uređaji za polimerizaciju svjetlom aktiviranih smolastih materijala. No, halogeni i LED polimerizacijski uređaji su najčešće korišteni. Posebno, „treća generacija“ LED polimerizacijskih uređaja s intezitetom svjetlosti koji je djelotvoran za bilo koji tip materijala (74).

Različite studije uspoređivale su učinkovitost halogenih i LED polimerizacijskih uređaja sličnih ( $600 \text{ mW} / \text{cm}^2$ ) (76) ili različitih intenziteta svjetlosti (halogena  $350 \text{ mW} / \text{cm}^2$ , LED  $1400 \text{ mW} / \text{cm}^2$ , LED  $1100 \text{ mW} / \text{cm}^2$ ) (77), kao i različitih intenziteta svjetlosti (halogena  $700 \text{ mW} / \text{cm}^2$ , LED  $500 \text{ mW} / \text{cm}^2$ ) i vremena izloženosti (20 s i 40 s) na mikrotvrdoću SM SIC (78). Vrijednost mikrotvrdoće ovisila je o intezitetu svjetlosti koja se koristila za njihovo stvrdnjavanje (76, 77). U odnosu na vrijeme stvrdnjavanja, slične vrijednosti mikrotvrdoće upotrebom halogenog i LED polimerizacijskog uređaja dobivene su nakon izloženosti svjetlosti kroz 40 s, dok se znatna razlika mikrotvrdoće dobila nakon primjene halogenih polimerizacijskih uređaja s vremenom ekspozicije 40 s u odnosu na LED polimerizacijske uređaje s vremenom ekspozicije 20 s (78). Parisay i sur. u svojem istraživanju uspoređivali su utjecaj halogenog i LED polimerizacijskog uređaja različitih intenziteta svjetlosti (halogen  $600 \text{ mW}/\text{cm}^2$ , LED  $700 \text{ mW}/\text{cm}^2$ ) i različitih vremena izloženosti (20 s, 30 s, 40 s) na

površinsku i donju mikrotvrdoću. Površinska mikrotvrdoća bila je veća u svim ispitivanim skupinama. Uz produljenje vremena ekspozicije, opaženo je povećanje mikrotvrdoće na obje ispitivane strane uzorka, i površinske i donje strane. U skupini uzoraka polimeriziranih halogenim uređajem nije bilo znatnih razlika između 20, 30 i 40 s, dok su u grupi polimeriziranoj LED uređajem uzorci polimerizirani 40 s imali značajno bolje rezultate od 20 s i 30 s (79).

## **2. SVRHA ISTRAŽIVANJA**

Svrha ovog rada je odrediti linearne dimenzijske promjene u stvarnom vremenu stvrdnjavanja materijala i mikrotvrdoću za K SIC-eva, AP SM SIC-eva, SP SM SIC-eva i giomera, kao i utjecaj polimerizacijskih programa (*visoki, postupni, niski*) polimerizacijskog uređaja temeljenog na svjetlećim diodama (LED) (Bluephase G2, Ivoclar-Vivadent) na dimenzijske promjene SP SM SIC-eva i giomera tijekom stvrdnjavanja. Također odrediti utjecaj polimerizacijskih programa (*visoki, postupni, niski*) LED polimerizacijskog uređaja (Bluephase G2, Ivoclar-Vivadent) na mikrotvrdoću SP SM SIC-eva i giomera tijekom simuliranog umjetnog starenja materijala kroz vrijeme od 14 dana.

Specifični ciljevi rada bili su odrediti:

- dimenzijske promjene K SIC-eva tijekom stvrdnjavanja
- dimenzijske promjene AP SM SIC-eva tijekom stvrdnjavanja
- dimenzijske promjene SP SM SIC-eva tijekom stvrdnjavanja
- dimenzijske promjene giomera tijekom stvrdnjavanja
- utjecaj polimerizacijskih programa LED polimerizacijskog uređaja (Bluephase G2) na dimenzijske promjene SP SM SIC-eva i giomera tijekom stvrdnjavanja
- utjecaj polimerizacijskih programa LED polimerizacijskog uređaja (Bluephase G2) na dimenzijske promjene K SIC-a (Fuji Triage Pink-a)
- mikrotvrdoću K SIC-eva tijekom 14 dana
- mikrotvrdoću AP SM SIC-eva tijekom 14 dana
- mikrotvrdoću SP SM SIC-eva tijekom 14 dana
- mikrotvrdoću giomera tijekom 14 dana
- utjecaj polimerizacijskih programa LED polimerizacijskog uređaja (Bluephase G2) na mikrotvrdoću SP SM SIC-eva i giomera tijekom sazrijevanja materijala kroz vrijeme od 14 dana
- utjecaj polimerizacijskih programa LED polimerizacijskog uređaja (Bluephase G2) na mikrotvrdoću K SIC-a (Fuji Triage Pink-a)
- utjecaj starenja na mikrotvrdoću K SIC-eva, AP SM SIC-eva, SP SM SIC-eva i giomera

Postavljene su sljedeće radne hipoteze:

- vrsta materijala utječe na dimenzijske promjene (očekuje se kako će giomer i SM SIC-evi imati sličan stupanj skupljanja, dok će K SIC-evi imati manje skupljanje u odnosu na SM SIC i giomere)
- polimerizacijski programi (*visoki, postupni, niski*) LED polimerizacijskog uređaja utjecati će na dimenzijske promjene svjetlosno polimerizirajućih materijala
- vrsta materijala će utjecati na mikrotvrdoću; giomer će imati veću mikrotvrdoću od SIC-eva, dok će mikrotvrdoća AP SM SIC-eva biti u rasponu je vrijednosti mikrotvrdoće SP SM SIC-evi
- polimerizacijski programi (*visoki, postupni, niski*) LED polimerizacijskog uređaja utjecati će na mikrotvrdoću SP SM SIC-eva
- polimerizacijski programi (*visoki, postupni, niski*) LED polimerizacijskog uređaja utjecati će na mikrotvrdoću giomera
- mikrotvrdoća materijala će rasti tijekom simuliranog umjetnog starenja

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

### **3.1. MATERIJALI**

#### **Odabir materijala**

U istraživanje je uključeno pet K SIC: Fuji IX Extra (FIXE), Fuji IX Fast (FIXF) Ketac Molar Aplicap (KM), Ketac Molar Quick (KMQ), Fuji TRIAGE PINK (FTP), dva SP SM SIC: Fuji II LC (F2LC) i Photac Fil Quick, dva AP SM SIC: Fuji Plus (FP) i Fuji VIII (FVIII) te giomer: Beautifil II (B2). Svi ispitivani materijali, navedeni u tablici 1. bili su A3 nijanse, a svi SIC bili su pakirani u kapsulama. Detaljne informacije o sastavu materijala prema podacima proizvođača o sigurnosti materijala (Material safety data sheet (MSDS)) (44, 80 - 89) nalaze se u tablici 2.

#### **Priprema materijala**

Materijali su pripremljeni prema uputama proizvođača u prikladnom trituratoru. Za miješanje materijala GC obitelji koristio se triturator KERR automiks (Kerr Corporation, Bioggio Switzerland) a za aktivaciju i nanošenje materijala aplikator, Capsule Applier IV (GC Corporation, Tokio, Japan). Materijali iz obitelji Ketac miješani u trituratoru VOCO mix 10 (VOCO GmbH, Cuxhaven, Njemačka) dok se za aktivaciju kapsula koristio aktivator kapsula Aplicap Capsule Activator (3M ESPE, Seefeld, Njemačka) a za nanošenje materijala Aplicap<sup>TM</sup> Capsule Applier (3M ESPE, Seefeld, Njemačka).

Uporabom kapsula izbjegnuta je mogućnost varijacija u omjerima praška i tekućine. Njihov omjer točno je određen unutar kapsule te su oni međusobno odijeljeni tankom pregradom. Posebna pozornost usmjerena je na potpunu aktivaciju kapsula kako bi se sva kiselina oslobodila iz spremnika. Budući da su materijali bili kapsulirani i da su ih proizvela dva različita proizvođača (GC Corporation i 3M ESPE), zahtijevali su različit postupak aktiviranja i miješanja kapsula.



Tablica 1. Materijali korišteni za mjerenje dimenzijskih promjena i mikrotvrdoće

<b>Materijal</b>	<b>Kod</b>	<b>Vrsta materijala</b>	<b>Proizvođač</b>	<b>LOT</b>	<b>Primjena</b>
Fuji IX EXTRA	FIXE	K SIC	GC Corporation , Tokyo, Japan	1009205	Restaurativni
Fuji IX FAST	FIXF	K SIC	GC Corporation , Tokyo, Japan	1005251	Restaurativni
Ketac Molar Aplicap	KM	K SIC	3M ESPE, Seefeld, Njemačka	425688	Restaurativni
Ketac Molar Quick Aplicap	KMQ	K SIC	3M ESPE, Seefeld, Njemačka	416807	Restaurativni
Fuji Plus	FP	AP SM SIC	GC Corporation , Tokyo, Japan	1010051	Cementiranje
Fuji VIII GP	FVIII	AP SM SIC	GC Corporation , Tokyo, Japan	1003021	Restaurativni
Fuji II LC <sup>a</sup>	F2LC	SP SM SIC	GC Corporation , Tokyo, Japan	1009277	Restaurativni
Photac Fil Quicka <sup>a</sup>	PFQ	SP SM SIC	3M ESPE, Seefeld, Njemačka	440328	Restaurativni
Fuji TRIAGE PINK <sup>b</sup>	FTP	K SIC	GC Corporation , Tokyo, Japan	1004131	Restaurativni
Beautifil II <sup>a</sup>	B2	Giomer	Shofu Inc., Kyoto, Japan	041008	Restaurativni

<sup>a</sup> svjetlom polimerizirajući materijali

<sup>b</sup> stvrdnjava kiselo-baznom reakcijom, ali se stvrdnjavanje ubrzava obasjavanjem svjetlom

- 1) Postupak aktiviranja i miješanja kapsula obitelji GC:
  - ručno protresanje kapsule;
  - stiskanje klipa kapsule o tvrdu podlogu da klip kapsule bude u ravnini sa tijelom kapsule;
  - stavljanje kapsule u metalni aplikator Capsule Applier IV i pritiskanja ručice aplikatora, jedan „klik“;
  - miješanje kapsule 10" u uređaju KERR, automiks (4000 okretaja/min);
  - postavljanje kapsule u aplikator Capsule Applier IV i pritiskivanje ručice aplikatora, dva puta „klik“.
- 2) postupak aktiviranja i miješanja kapsula obitelji Ketac:
  - aktiviranje kapsule u posebnom aktivatoru, Aplicap Activator 2 sekunde;
  - miješanje kapsule u trituratoru VOCO MIX 10 (4300 okretaja/min) (prema preporučenom vremenu proizvođača (Ketac Molar Aplicap i Photac Fil Quick Aplikap 15", Ketac Molar Quick Aplicap 10"));
  - postavljanje kapsule u aplikator, Aplicap<sup>TM</sup> Capsule Applier.

Tablica 2. Kemijski sastav materijala

<b>Materijal</b>	<b>Kod</b>	<b>Prašak (P)</b>	<b>Tekućina (T)</b>
Fuji IX GP EXTRA	FIXE	fluoroaluminosilikatno staklo 90 – 100 %, poliakrilna kiselina 5 – 10 %	poliakrilna kiselina 30 – 40 %, polikarboksilna kiselina, destilirana voda 50 %
Fuji IX FAST	FIXF	fluoroaluminosilikatno staklo 90 – 100 %, poliakrilna kiselina 5 – 10 %	poliakrilna kiselina 30 – 40 %, polikarboksilna kiselina, destilirana voda 40 %
Fuji VIII GP	FVIII	aluminosilikatno staklo 99 %	2-HEMA 30 – 35 %, poliakrilna kiselina 20 – 30 %, UDMA < 10 %, destilirana voda 20 – 30 %
Fuji PLUS	FP	fluoroaluminosilikatno staklo 95 – 100 %	2-HEMA 25 – 35 %, poliakrilna kiselina 20 – 30 %, UDMA 5 – 10 %, destilirana voda 20 – 30 %
Fuji II LC	F2LC	fluoroaluminosilikatno staklo 95 – 100 %	2-HEMA 35 – 40 %, poliakrilna kiselina 20 – 22 %, 2,2,4 trimetilheksametilen dikarbonat 2 – 7 %, trietilenglikol dimetakrilat 4 – 6 %, kamforkinon < 1 %, UDMA < 10 %, destilirana voda 20 – 30 %
Fuji TRIAGE PINK	FTP	fluoroaluminosilikatno staklo 90 – 100 %	poliakrilna kiselina 30 – 40 %,tajni sastojak 10 – 15 %

Tablica 2. Kemijski sastav materijala (nastavak)

Ketac Molar Aplicap	KM	fluoroalumosilikatno staklo 80 – 90 %, kopolimer akrilne i maleične kiseline 1 – 6 %	kopolimer akrilne i maleične kiseline 35 – 55 %, voda 45 – 55 %, vinska kiselina 5 – 10 %
Ketac Molar Quick Aplicap	KMQ	fluoroalumosilikatno staklo 93 – 98 %, kopolimer akrilne i maleične kiseline 1 – 5 %, diklorodimetil silan 0 – 1 %	voda 60 – 65 %, kopolimer akrilne i maleične kiseline 30 – 40 %, vinska kiselina 5 – 10 %
Photac Fil Quick Aplicap	PFQ	silanizirane čestice fluoroaluminosilikatnog stakla > 99 %, N,N- dimetilbenzokain < 0,5 %	2-HEMA 25 – 50 %, kopolimer akrilne i maleične kiseline 30 – 50 %, voda 20 – 30 %, mono- i di-hema fosfat, magnezijske soli 5 – 15 %, Di-UDMA 3 – 10 %
Beautifil II	B2	Bis-GMA 7,5 %, TEGMA < 5 %, S-PRG bazirano na fluoroboro-aluminosilikatnom staklu 70 %, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , DL- kamforkinon	

( HEMA – hidroksietil metakrilat, UDMA – uretan dimetakrilat, Bis-GMA – Bisfenol-glicidil metakrilat, TEG-DMA – Trietilen glikol-dimetakrilat)

### 3.2. DIMENZIJSKE PROMJENE STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA

Istraživanje dimenzijskih promjena (linearno skupljanje i ekspanzija) devet različitih SIC-eva i jednog giomera provedeno je postupkom digitalne laserske interferometrije. Postupak digitalne laserske interferometrije omogućio je promatranje dimenzijskih promjena u promatranim materijalima tijekom cijelog vremena snimanja, a snimano je od završetka miješanja pa do kraja vremena stvrdnjavanja navedenog u uputama proizvođača, odnosno vremena završne obrade restauracija. Tako se za svaki od deset istraživanih materijala dobilo linearno skupljanje i ekspanzija materijala za vrijeme stvrdnjavanja.

#### 3.2.1. Priprava uzoraka za digitalnu lasersku interferometriju

10 diskoidnih uzoraka ( $d = 10 \text{ mm}$ ,  $v = 0,85 \text{ mm}$ ) pripremljeno je za svaki testirani materijal (i polimerizacijski program, za svjetlom polimerizirajuće materijale). Kapsulirani materijali (FIXE, FIXF, KM, KMQ, FP, FVIII, FTP, PFQ i F2LC) pripremljeni su u skladu s uputama proizvođača. Odgovarajuća količina materijala istisnuta je iz kapsule na film od polietilentereftalata (PET) u kalup od nehrđajućeg čelika visine 1 mm, prekrivena drugim PET filmom i pritisnut između dva utega od nehrđajućeg čelika (slika 5. i slika 6.). Ukupna debljina uzorka (0,85 mm) rezultat je oduzimanja debljine dvaju PET filmova od debljine prstenastog kalupa (1 mm). Nekapsulirani materijal (B2) nanesen je na PET film koristeći instrument 5/6 po Heidemannu. Priprema uzoraka provedena je u tamnoj sobi s upaljenim crvenim svjetlom kako bi se izbjegao polimerizacijski utjecaj ambijentalnog svjetla na svjetlom polimerizirajuće materijale. Za svjetlom aktiviranu polimerizaciju korišten je LED uređaj (Bluephase G2, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Lichtenstein). Uzorci su osvjetljeni po 20 sekundi s jednim od polimerizacijskih programa: *visoki* ( $1100 \text{ mW} / \text{cm}^2$ ), *postupni* ( $650 - 1100 \text{ mW} / \text{cm}^2$ ) i *niski* ( $650 \text{ mW} / \text{cm}^2$ ).



Slika 5. Čelični prsten visine 1mm

Mjerenje dimenzijskih promjena u uređaju za DLI započeto je oko 40 – 45 sekundi od završetka miješanja kapsula za SIC-eve. U slučaju giomera mjerenja su počela istovremeno s početkom svjetlosne polimerizacije.

Trajanje mjerenja bilo je do kraja vremena preporučenog za obradu restauracija sukladno uputama proizvođača. Snimanje K SIC-eva i AP SIC-eva trajalo je 6 min, a snimanje svjetlosno polimerizirajućih materijala 5 min.



Slika 6. Valjci od nehrđajućeg čelika

### 3.2.2. Digitalna laserska interferometrija

Diskoidni uzorci bili su s obje strane pokriveni PET filmovima i umetnuti između dviju staklenih ploča. Gornja staklena ploča imala je reflektirajuću površinu i djelovala kao ogledalo (slika 7.). Nosač uzorka bio je dizajniran da omogući fotopolimerizaciju uzorka s jedne strane i istovremeno mjerenje promjene debljine uzorka s druge strane. Mikrometar je montiran kako bi se omogućila ručna kompenzacija pomicanja gornje površine uzorka, koja je prekrivena zrcalom. Mikrometar je upotrijebljen na kraju svakog mjerenja kako bi se utvrdila konačna vrijednost linearnog skupljanja uzorka.

Interferometrija je mjerna tehnika koja omogućuje korištenje superpozicije elektromagnetskih valova kako bi se saznala informacija o samim tim valovima. Valovi pritom moraju biti koherentni, tj. između čestica vala mora postojati stalan ili predvidljiv fazni odnos. Taj zahtjev ispunjava laserska svjetlost. Izlazni se snop lasera djeliteljem snopa dijeli na dva dijela koji se kreću različitim stazama te naposljetku interferiraju na mjestu gdje je postavljen detektor, dajući uzorak sastavljen od svijetlih i tamnih pruga. Tamo gdje su dva vala u fazi konstruktivnom interferencijom (zbroy ili dvaju dolova ili dvaju brjegova) nastaje svijetla pruga, a ondje gdje su pomaknuti za  $\pi$  destruktivnom interferencijom (zbroy brijega i dola) nastaje tamna pruga. Ako se na put jednog vala stavi neki objekt, praćenje razlika faza dvaju valova omogućuje promatranje promjena na objektu u realnom vremenu.

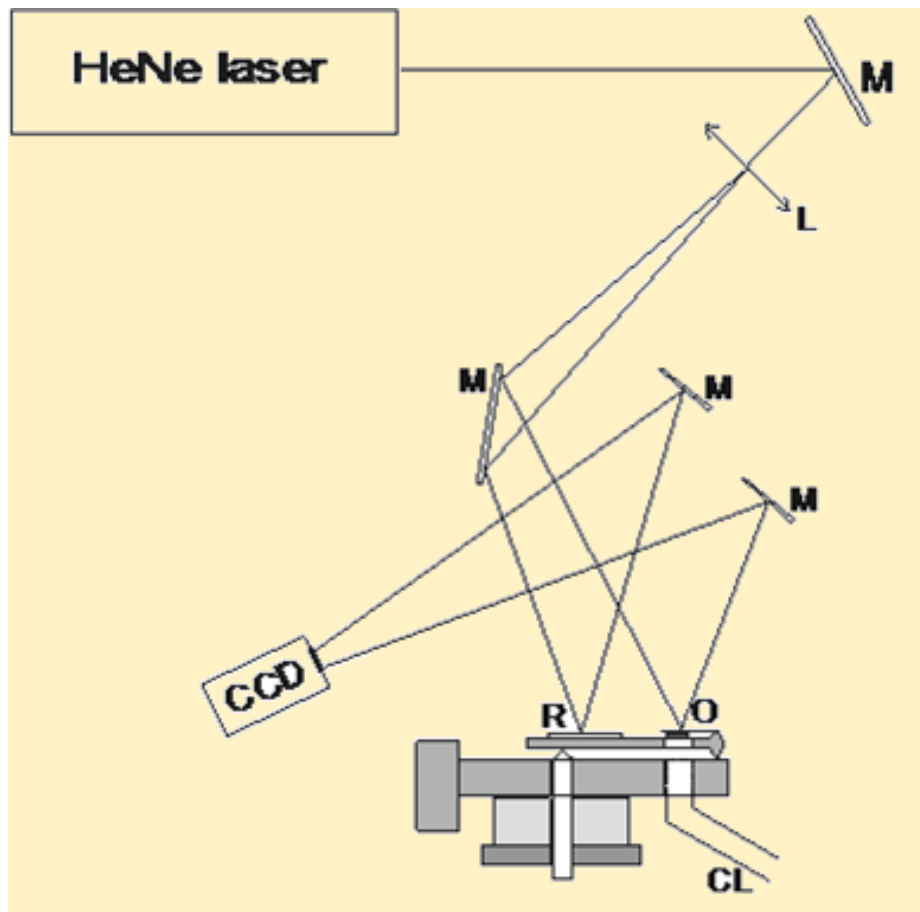


Slika 7. Uzorak na predmetnom stakalcu prekriven ogledalom

Gledajući postav za digitalnu lasersku interferometriju vidimo da je laserski snop svjetla koji izlazi iz He-Ne lasera (Spectra Physics, snaga = 25 mW, valna duljina = 632.8 nm) prvo proširen i kolimiran, a zatim usmjeren na ploču nosača uzorka. Ploča tu upadnu svjetlost reflektira pomoću dva ravna zrcala, jedano smješteno na gornju površinu uzorka, a drugo izvan uzorka, čime se formiraju dvije zrake svjetlosti, objektna zraka i referentna zraka. Referentna se reflektira na djelatlju (zrcalu) i putuje direktno na CCD kameru, a objektna se prije dolaska do kamere reflektira na objektnom zrcalu, u ovom slučaju na zrcalo smješteno na uzorku promatranog materijala. Obje zrake su potom pod malim kutem usmjerene na CCD senzor s  $752 \times 582$  piksela omogućujući brzinu snimanja od 25 sličica u sekundi. Eksperimentalni postav optičkog uređaja prikazan je na slici 8. Nosač uzorka omogućuje polimerizaciju uzorka s donje strane snopom plave svjetlosti (valne duljine 468 nm), a istodobno se mjeri ekspanzija i skupljanje uzorka s pomoću laserske crvene svjetlosti (valne duljine 632.8 nm). Snimanje u optičkom uređaju prikazano je na slici 9.

Dakle, dva snopa laserske svjetlosti interferiraju; referentni dolazi s fiksnog zrcala a objektni dolazi sa zrcala na površini uzorka. CCD kamera bilježi interferencijsku sliku. Rezultirajuće slike interferencijskih pruga nose faznu informaciju uzorka. Tako zabilježena dvodimenzionalna raspodjela svijetlih i tamnih pruga. Računalni program omogućuje obradu pruga interferencije te ih pretvara u numeričke vrijednosti iz kojih se izračunava deformacija uzorka tijekom stvrdnjavanja. Interferogrami snimljeni tijekom navedenog vremena analizirani su pomoću računalnog programa koji je pripremljen u LabVIEW 2011 (National Instruments, Austin, Texas, SAD) prema prethodno opisanom postupku (89).





Slika 8. Eksperimentalni postav

Referentni snop (R) He-Ne lasera (helij-neonski, valna duljina  $\lambda=632.8$  nm, maksimalna snaga 25 mW) usmjeren je direktno prema kameri. Uzorak se postavlja na predmetno stakalce i pokriva zrcalom od kojeg se prema kameri (CCD 500 x 582 piksela, 50 Hz) reflektira objektni snop. Iz slike dobivene interferencijom dvaju snopova izdvaja se fazna informacija te iz nje numerički (FFT – fast Fourier transform) izračunava pomak objektnog zrcala. Taj pomak odgovara promjeni debljine uzorka pri stvrdnjavanju te omogućuje izračunavanje linearane promjene dimenzije uzorka kroz cijelo vrijeme snimanja.



Slika 9. Snimanje uzorka

### **3.3. MIKROTVRDOĆA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA**

Mikrotvrdoća materijala određena je metodom prema Vickersu. Mjerenje mikrotvrdoće obavljeno je u vremenskim razmacima tijekom simuliranog umjetnog starenja materijala.

#### **3.3.1. Priprava uzoraka za određivanje mikrotvrdoće prema Vickersu**

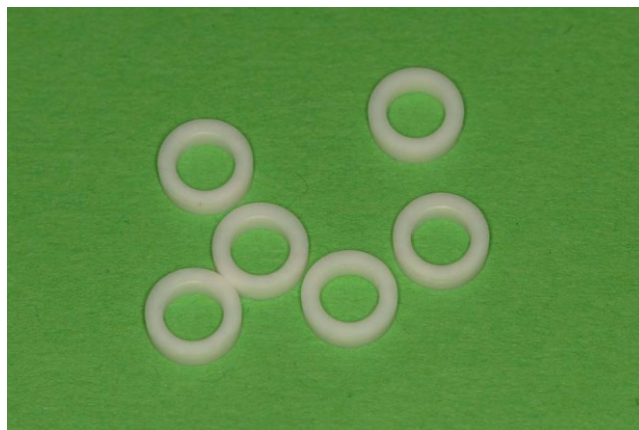
Za svaki ispitivani materijal i polimerizacijski program pripravljeno je 5 cilindričnih uzoraka ( $d = 4 \text{ mm}$ ,  $v = 2 \text{ mm}$ ). Prethodno pripremljeni SIC-evi istisnuti su u teflonski kalup (slika 10.) postavljen na prozirni film od polietilen-tereftalata (PET) koja se nalazila na valjku od nehrđajućeg čelika. Uzorak je poklopljen drugim PET filmom te komprimiran drugim valjkom od nehrđajućeg čelika. Giomer je u kalupe stavljen koristeći instrument 5/6 po Heidemannu, pazeći pritom da se unutar materijala ne zatvori zrak. Priprava cilindričnih uzoraka ( $d = 4 \text{ mm}$ ,  $v = 2 \text{ mm}$ ) provedena je na sobnoj temperaturi, a umjetno starenje simulirano je pohranom uzoraka u deioniziranoj vodi u inkubatoru (Cultura incubator,

Ivoclar-Vivadent, Schann, Lichenstein) pri temperaturi od  $37\text{ °C} \pm 0.1\text{ °C}$  tijekom razdoblja do 14 dana.

Svjetlosno polimerizirajući materijali (SP SM SIC, giomer) polimerizirani su LED polimerizacijskim uređajem (Bluephase G2, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Lichtenstein). Uzorci su osvijetljeni po 20 sekunda s jednim od polimerizacijskih program: *visoki* ( $1100\text{ mW} / \text{cm}^2$ ), *postupni* ( $650 - 1100\text{ mW} / \text{cm}^2$ ) i *niski* ( $650\text{ mW} / \text{cm}^2$ ).

Priprava uzoraka provedena je na sobnoj temperaturi. Nakon preporučenog vremena stvrdnjavanja sukladno uputama proizvođača (FIXE 2 min, FIXF 2 min, FP 2 min, FVIII 2,10 min, FTP 2,3 min, KM 2 min, KMQ 1,4 min, PFQ 2 min, F2LC 3,15 min i B2 nakon osvijetljavanja 20 s) učinjeno je prvo mjerenje mikrotvrdoće, a uzorci su potom pohranjeni u deioniziranu vodu u inkubatoru (Cultura incubator, Ivoclar-Vivadent, Schann, Lichtenstein) pri temperaturi od  $37\text{ °C} \pm 0.1\text{ °C}$  kako bi se simuliralo umjetno starenje materijala.

Za mjerenje mikrotvrdoće po Vickersu korišten je uređaj Leitz Miniload 2 microhardness tester (Leitz, Oberkochen, Njemačka) uz korištenje mase,  $m = 100\text{ g}$  kroz 10 s. Uređaj je prikazan na slici 11. Svaki od pet uzoraka opterećivan je po pet puta masom od 100 g, a potom se iz dobivenih vrijednosti statističkom obradom dobila prosječna mikrotvrdoća materijala.



Slika 10. Teflonski kalupi visine 2 mm i unutarnjeg promjera 4 mm

Vickersova metoda omogućuje mjerenje odgovora materijala na pokušaj plastične deformacije, a temelji se na određivanju dimenzije utisnuća pravilne dijamantne piramide uz poznatu silu u površinu uzorka. Udubljenje piramide daje kvadrat na površini uzorka, ali zbog nesavršenosti uzorka (iskrivljeni kvadrat) mjere se obje dijagonale kvadrata ( $d_1$  i  $d_2$ ) i uzima se srednja vrijednost dijagonale.

Mikrotvrdoća prema Vickersu (HV) izračunava se prema formuli:

$$HV = F / A$$

A – površina udubljenja dijamantne četverostrane piramide ( $\text{mm}^2$ ).

Površina udubljenja dijamantne četverostrane piramide može se izračunati:

$$A \approx d^2 / 1.8544 \text{ gdje je } d = (d_1 + d_2) / 2$$

F – tlačna sila utiskivanja (N).

$$F = m \times g \text{ (} g = 9.81 \text{ N/kg, } m = \text{teret).}$$

Mikrotvrdoća se mjerila u različitim vremenskim intervalima:

- odmah nakon stvrdnjavanja (0. dan)
- nakon prvog dana (1. dan)
- nakon sedmog dana (7. dan)
- nakon četrnaestog dana (14. dan)



Slika 11. Uređaj Leitz Miniload 2 Microhardness Tester

### 3.4. STATISTIČKA OBRADA PODATAKA

Za obradu podataka korišten je test analize varijanca (ANOVA). Analiza varijance jest statistički model kojim se ukupna varijabilnost opažena kod pojedine varijable rastavlja na komponente koje pripadaju različitim izvorima varijabilnosti (primjerice, različitim materijalima ili programima polimerizacije).

U ovom istraživanju primijenjen je univarijatni model analize varijance jer je opažana jedna zavisna varijabla (pri laserskoj interferometriji linearna dimenzijska promjena kroz vrijeme stvrdnjavanja, a kod ispitivanja MV-a mikrotvrdoća u vremenskim intervalima). Kod ispitivanja MV-a, primijenjen je mješoviti model ANOVA-e koji je uključivao dvije nezavisne varijable (*materijal i polimerizacijski program*) te dodatnu varijablu *vrijeme*, koja se odnosila na ponavljana opažanja na istim uzorcima (91).

Potrebni uvjeti za ANOVA-u:

- zavisna varijabla treba biti intervalnog tipa
- distribucija vrijednosti unutar svake eksperimentalne skupine ne smije značajno odstupati od normalne
- ni u jednoj skupini ne smiju se pojavljivati netipične vrijednosti (engl. *outliers*)
- varijanca treba biti približno jednaka u svim skupinama

Korišten je statistički softver SPSS 20 (IBM, Armonk, NY, USA), s razinom značajnosti postavljenom na 0,05, a za višestruke usporedbe korišten je Tukey post hoc test.

#### **4. REZULTATI ISTRAŽIVANJA**

#### 4.1. REZULTATI MJERENJA DIMENZIJSKIH PROMJENA DIGITALNOM LASERSKOM INTERFEROMETRIJOM

Svi ispitivani materijali u ovom istraživanju imali su početnu ekspanziju materijala te posljedično skupljanje. Početna ekspanzija svjetlosno polimerizirajućih materijala kretala se između 0,03 % do 0,1 % ovisno o ispitivanom materijalu te primijenjenom polimerizacijskom programu, a trajala je prvih 10 sekundi, odnosno početnih 10 sekundi tijekom polimerizacije LED uređajem (tablica 3.). Nadalje, iz tablice 4. vidimo kako je početna ekspanzija Fuji Triage Pink bila od 1,53 % do 2,15 % za različite polimerizacijske programe i trajala je oko 40 sekundi. Iz toga se vidi da je početna ekspanzija Fuji Triage Pink bila značajno veća od ekspanzije svjetlosno polimerizirajućih SM SIC-eva jer on zapravo i pripada u grupu K SIC-eva te se svjetlosnom polimerizacijom postiže samo ubrzanje klasične kiselo-bazne reakcije, a ne i polimerizacija smole jer on u svojem sastavu nema smolu.

Tablica 3. Srednje vrijednosti i standardna devijacija ekspanzije SP SM SIC-a i giomera u postotcima, ovisno o polimerizacijskom programu. Ista mala slova unutar pojedinog retka predstavljaju statistički homogene skupine za usporedbu između polimerizacijskih programa. Različita velika slova unutar stupca označavaju statistički značajne razlike između materijala

ekspanzija %						
materijal	visoki		postupni		niski	
	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.
B2	0,10 a,B	0,04	0,07 ab,B	0,05	0,05 b,A	0,04
F2LC	0,03 a,A	0,02	0,03 a,A	0,02	0,03 a,A	0,03
PFQ	0,03 a,A	0,18	0,03 a,A	0,03	0,07 a,A	0,06

Iz tablice 5. iščitavamo da nije pronađena ovisnost početne ekspanzije svjetlosno polimerizirajućih SM SIC-a (F2LC i PFQ) o primjeni različitoga polimerizacijskog programa.

Također iz tablice 4. i slike 12. vidimo da nije pronađena ovisnost početne ekspanzije FTP o polimerizacijskom programu.

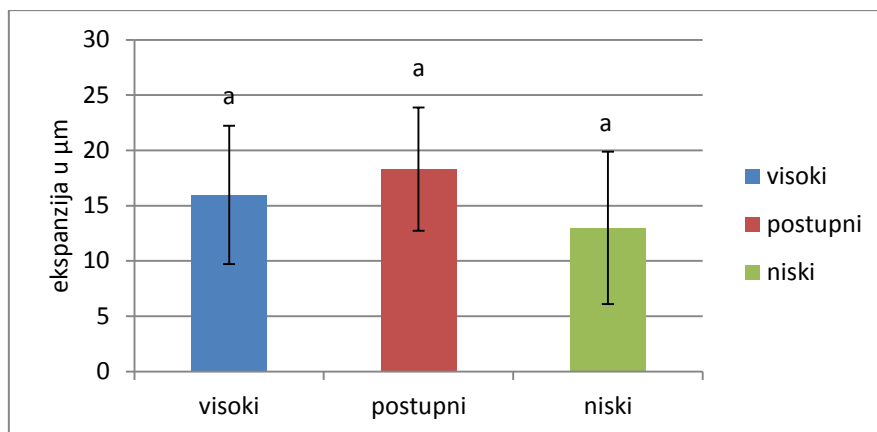


Tablica 4. Srednje vrijednosti i standardna devijacija ekspanzije FTP ovisno o polimerizacijskom programu

ekspanzija $\mu\text{m}$						
materijal	visoki		postupni		niski	
	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.
FTP	15,97 a	6,26	18,31 a	5,57	12,99 a	8,89

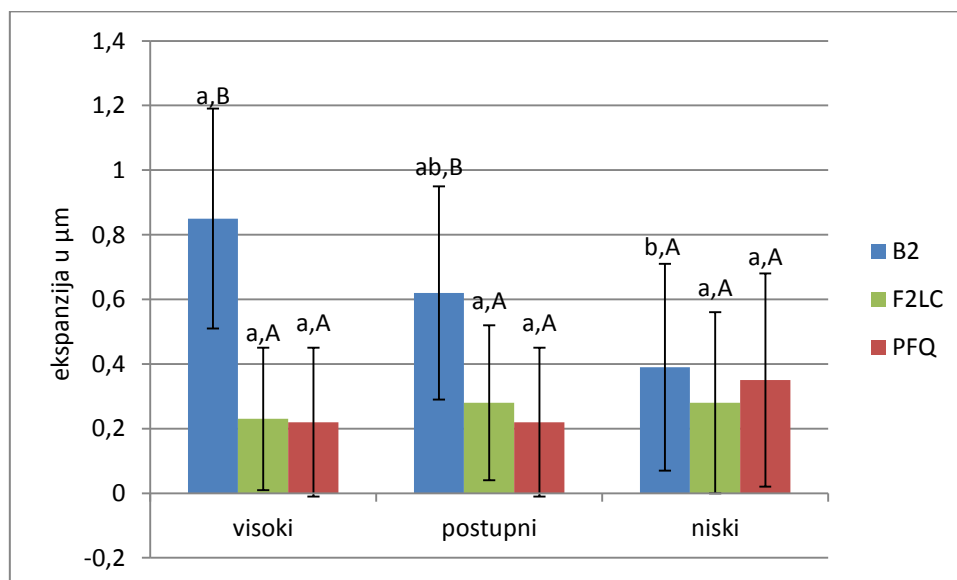
Tablica 5. Srednje vrijednosti i standardna devijacija ekspanzije SP SM SIC-a i giomera izražena u  $\mu\text{m}$  ovisno o primjenjenom polimerizacijskom programu. Ista mala slova u nizu označavaju homogene skupine za usporedbu između polimerizacijskih programa. Statistički homogene skupine unutar stupca označene su istim velikim slovom i označavaju razliku u ekspanziji između materijala

ekspanzija $\mu\text{m}$						
materijal	visoki		postupni		niski	
	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.
B2	0,85 a,B	0,34	0,62 ab,B	0,43	0,39 b,A	0,32
F2LC	0,23 a,A	0,22	0,28 a,A	0,24	0,28 a,A	0,28
PFQ	0,22 a,A	0,56	0,22 a,A	0,26	0,35 a,A	0,55



Slika 12. Srednje vrijednosti ekspanzije FTP kroz preporučeno vrijeme stvrdnjavanja, ovisno o primjeni različitoga polimerizacijskog programa

Gledano na slici 13. jasno se vidi da je statistički značajna ekspanzija izmjerena na uzorcima B2, nakon primjene *visokog* polimerizacijskog programa u odnosu na *niski*.



Slika 13. Srednje vrijednosti ekspanzije SP SM SIC-eva i giomera kroz preporučeno vrijeme stvrdnjavanja, ovisno o primjeni različitoga polimerizacijskog programa. Isto veliko slovo označava statistički jednaku grupu ako gledamo utjecaj materijala, a malo slovo označava statistički homogenu grupu ako gledamo različiti polimerizacijski program

Posljedično skupljanje SP SM SIC-eva i giomera bilo je ovisno o vrsti materijala kao i o primijenjenom polimerizacijskom programu. U tablici 6. prikazane su srednje vrijednosti i standardne devijacije skupljanja SP SM SIC-eva (F2LC, PFQ) i giomera (B2), ovisno o polimerizacijskom programu. Giomer B2 imao je manje skupljanje u odnosu na SP SM SIC-eve (F2LC i PFQ), neovisno o primijenjenome polimerizacijskom programom. Navedena razlika u skupljanju giomera u odnosu na SP SM SIC-eve nije bila na razini statističke značajnosti.

Tablica 6. Srednje vrijednosti i standardne devijacije skupljanja SP SM SIC-a i giomera u postotcima primjenom polimerizacijskih programa. Ista mala slova u nizu predstavljaju statistički homogene skupine za usporedbu između polimerizacijskih programa. Ista velika slova označavaju statistički homogene skupine unutar stupca

skupljanje %						
materijal	visoki		postupni		niski	
	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.
B2	1,15 a,A	0,23	0,99 ab,A	0,23	0,80 b,A	0,17
F2LC	1,59 a,A	0,40	1,65 a,A	0,34	1,62 a,B	0,35
PFQ	1,31 a,A	0,61	1,43 a,A	0,50	1,11 a,AB	0,46

Tako iz tablice 7. možemo iščitati da je konačno skupljanje F2LC bilo najveće nakon primjene *postupnog* polimerizacijskog programa i iznosilo je  $14,03 \pm 2,87 \mu\text{m}$ . Isto tako je skupljanje PFQ bilo najveće nakon primjene *postupnog* polimerizacijskog programa i iznosilo je  $12,14 \pm 4,21 \mu\text{m}$ . Razlike između polimerizacijskih programa kod dva ranije navedena SP SM SIC-a nizu bila na razini statističke značajnosti ( $p < 0,01$ ).

Tablica 7. Srednje vrijednosti i standardne varijacije skupljanja SP SM SIC-eva i giomera ovisno o polimerizacijskom programu. Ista mala slova u nizu predstavljaju statistički homogene skupine za usporedbu između polimerizacijskih programa. Ista velika slova označavaju statistički homogene skupine unutar stupca

skupljanje $\mu\text{m}$						
materijal	visoki		postupni		niski	
	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.
B2	9,81 a,A	1,99	8,41 ab,A	1,97	6,81 b,A	1,44
F2LC	13,53 a,A	3,36	14,03 a,A	2,87	13,80 a,B	2,94
PFQ	11,10 a,A	5,22	12,14 a,A	4,21	9,43 a,AB	3,87

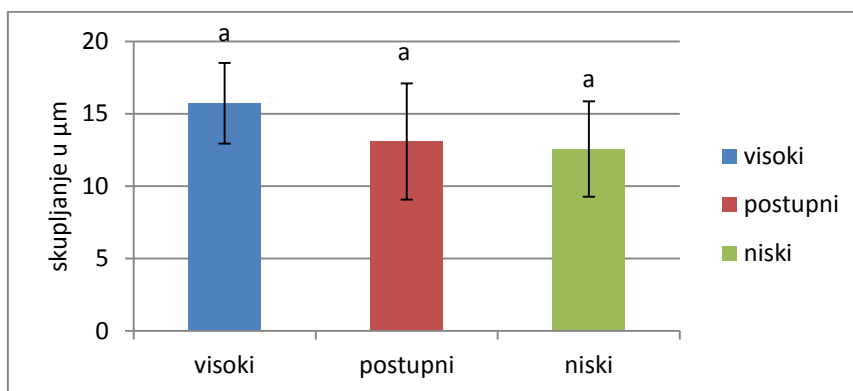
Iz prethodno navedenih rezultata vidimo da je utjecaj primjene različitih polimerizacijskih programa bio ovisan o materijalu.

B2, koji pripada u skupinu giomera, imao je skupljanje od  $9,8 \pm 1,99 \mu\text{m}$  nakon primjene *visokog* polimerizacijskog programa u ispitivanom vremenu, a nakon polimerizacije *niskim* polimerizacijskim programom imao je skupljanje od  $6,81 \pm 1,44 \mu\text{m}$ . Skupljanje B2 nakon primjene *visokog* polimerizacijskog programa bilo je značajno veće od skupljanja B2 polimeriziranog *niskim* polimerizacijskim programom ( $p < 0,01$ ). Na slici 15., gdje je grafički prikazano skupljanje svjetlosno polimerizirajućih materijala, vidimo da skupljanje F2LC i PFQ nije bilo znatno različito nakon primjene različitih polimerizacijskih programa, dok je skupljanje B2 *visokim* programom bilo znatno veće nego skupljanje nakon polimerizacije B2 uzorka *niskim* programom.

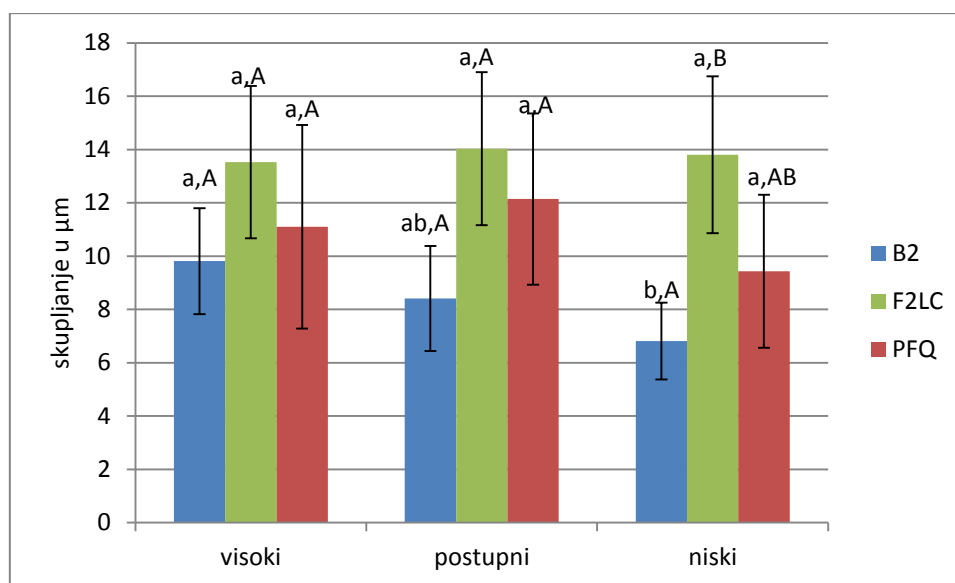
Tablica 8. Srednje vrijednosti i standardna devijacija skupljanja FTP ovisno o polimerizacijskom programu

skupljanje $\mu\text{m}$						
matrijal	visoki		postupni		niski	
	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.
FTP	15,72 a	2,79	13,09 a	8,01	12,56 a	3,30

Iz tablice 8. i slike 14. vidimo kako skupljanje FTP nije bilo ovisno o polimerizacijskom programu ( $p < 0,01$ ).



Slika 14. Srednje vrijednosti skupljanja FTP ovisno o polimerizacijskom programu



Slika 15. Srednje vrijednosti skupljanja SP SM SIC-a i giomera kroz preporučeno vrijeme stvrđivanja, ovisno o primjeni različitih polimerizacijskih programa. Isto malo slovo označava statistički jednaku grupu ako gledamo različiti polimerizacijski program, a malo slovo označava statistički homogenu grupu ako gledamo utjecaj materijala

Kao ranije navedeni svjetlosno polimerizirajući materijali, tako su i K SIC-evi i AP SM SIC-evi imali veću početnu ekspanziju nego SP SM SIC-a i giomer. Najveću ekspanziju imali su KM i KMQ. Vrijednost njihove ekspanzije prikazana je u tablici 9. i tablici 10.

Tablica 9. Srednje vrijednosti i standardna devijacija ekspanzije K SIC-eva i AP SM SIC-eva, izražene u postocima. Istim malim slovom označene su statistički homogene skupine unutar stupca

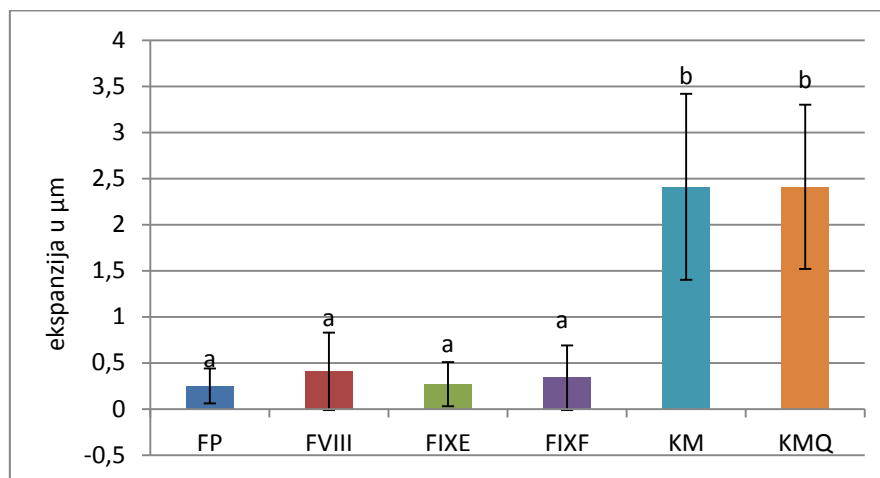
materijal	ekspanzija %	
	sr. vr.	st. dev.
FP	0,03 a	0,02
FVIII	0,05 a	0,04
FIXE	0,03 a	0,03
FIXF	0,04 a	0,21
KM	0,28 b	0,13
KMQ	0,28 b	0,13

Osim najvećeg iznosa ekspanzije, ekspanzija KM-a i KMQ-a trajala je duže u odnosu na ostale ispitivane materijale. KM je ekspandirao tijekom 247,11 s od početka mjerenja, a KMQ ekspandirao je 205,59 s. Pratili su ih dalje redom FIXF koji je imao ekspanziju u trajanju 127,82 s, te dalje FVIII kroz 107,10 s, FP kroz 61,25 s te zadnji FIXE koji je imao vrijeme ekspanzije 48,10 s.

Tablica 10. Srednje vrijednosti i standardna devijacija ekspanzije K SIC-eva i AP SM SIC-eva. Statistički homogene skupine materijala unutar stupca označene su istim malim slovom

materijal	ekspanzija $\mu\text{m}$	
	sr. vr.	st. dev.
FP	0,25 a	0,19
FVIII	0,41 a	0,46
FIXE	0,27 a	0,24
FIXF	0,34 a	1,75
KM	2,42 b	1,41
KMQ	2,41 b	1,09

Grafički prikaz iznosa srednje vrijednosti ekspanzije za K SIC-eva kao i AP SM SIC-eva vidimo na slici 16. Jasno se vidi kako je početna ekspanzija KM-a i KMQ-a bila značajno veća u odnosu na ostale uspoređivane materijale ( $p < 0,01$ ).



Slika 16. Srednje vrijednosti ekspanzije K SIC-eva i AP SM SIC-eva

Nakon ekspanzije slijedilo je skupljanje K SIC-eva i AP SM SIC-eva. U tablici 11. prikazano je njihovo skupljanje u postocima. Najveće izmjereno skupljanje imao je FIXF i ono je iznosilo  $11,26 \pm 4,84 \mu\text{m}$ . Dalje su ga pratili FIXE, FP, FVIII, KMQ te konačno KM s najnižom vrijednosti skupljanja od  $3,97 \pm 1,11 \mu\text{m}$  (tablica 12.).

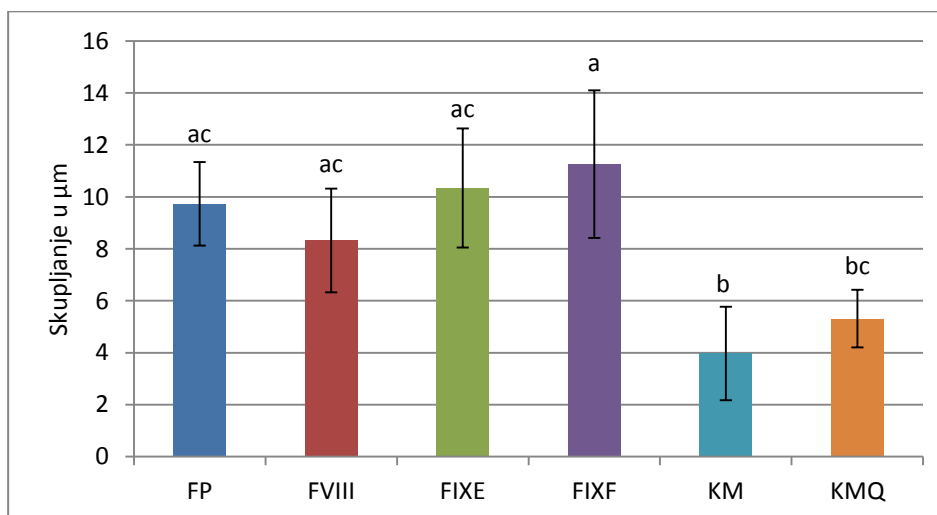
Tablica 11. Srednje vrijednosti i standardna devijacija skupljanja K SIC-eva i AP SM SIC-eva u postocima. Statistički homogene skupine unutar stupca označene su istim malim slovom

materijal	skupljanje %	
	sr. vr.	st. dev.
FP	1,14 ac	0,19
FVIII	0,98 ac	0,40
FIXE	1,22 ac	0,38
FIXF	1,32 a	0,57
KM	0,47 b	0,13
KMQ	0,62 bc	0,33

Tablica 12. Srednje vrijednosti i standardna devijacija skupljanja K SIC-eva i AP SM SIC-eva izražena u  $\mu\text{m}$ . Ista mala slova unutar stupca označavaju statistički homogene skupine materijala

materijal	skupljanje $\mu\text{m}$	
	sr. vr.	st. dev.
FP	9,73 ac	1,61
FVIII	8,32 ac	3,39
FIXE	10,34 ac	3,19
FIXF	11,26 a	4,84
KM	3,97 b	1,11
KMQ	5,31 bc	2,78

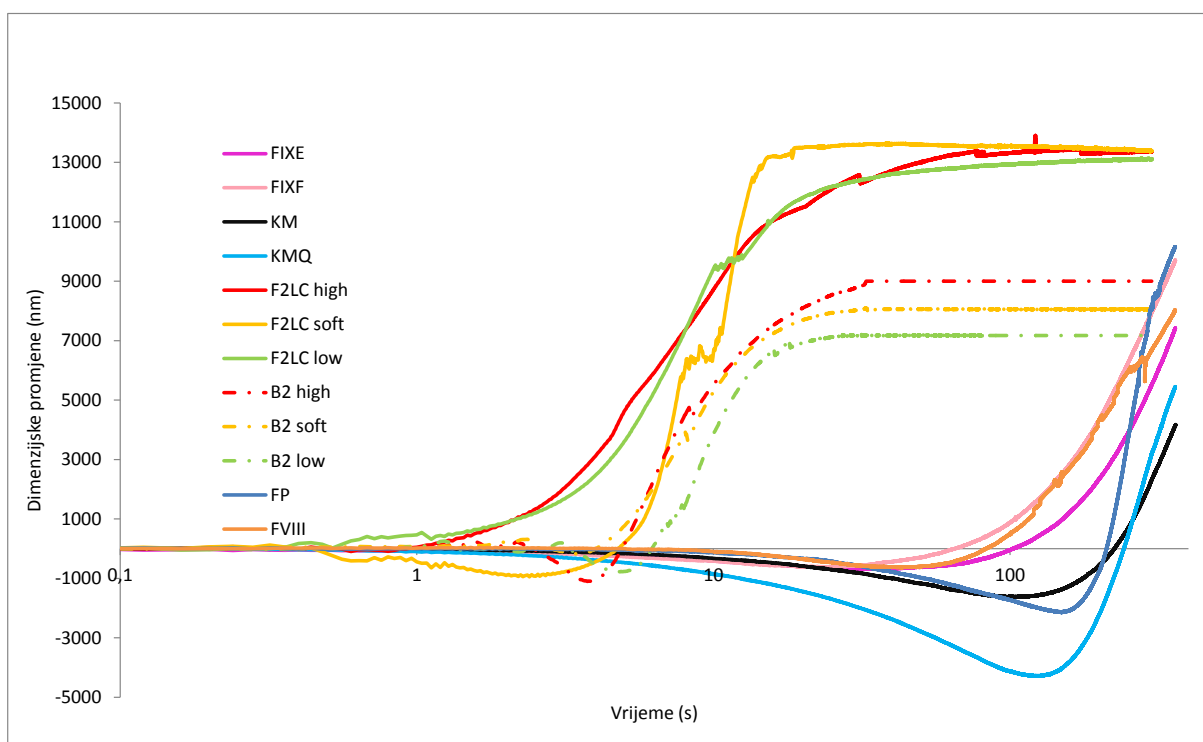
Na slici 17. imamo grafički prikaz srednje vrijednosti skupljanja za svaki materijal te vidimo da su KM i KMQ imali manje skupljanje u odnosu na druge ispitivane materijale. Znatno manje skupljanje na razini  $p < 0,01$  imao je KM u odnosu na FIXE, FIXF te FP. KMQ je također imao manje skupljanje u odnosu na druge materijale, ali znatno manje skupljanje imao je samo u odnosu na izmjereno skupljanje kod FIXF ( $p < 0,01$ ).



Slika 17. Srednje vrijednosti skupljanja K SIC-eva i AP SM SIC-eva. Isto malo slovo označava statistički homogene skupine materijala



Uspoređujući skupljanje K SIC-eva sa SP SM SIC-evima i giomerom, K SIC-evi imali su manje skupljanje nego SP SM SIC i giomer. Vrijednosti konačnog skupljanja bile su manje kod K SIC-eva nego kod svjetlosno polimerizirajućih materijala, ali značajnost skupljanja manje se pokazala uspoređujući F2LC s KM i KMQ. Na slici 18. vidimo da je ekspanzija K SIC-eva i AP SM SIC-eva bila veća i trajala je duže u odnosu na ekspanziju svjetlosno polimerizirajućih F2LC i B2, kod kojih je ekspanzija trajala početnih 10 sekundi, tijekom polimerizacije svjetlom.



Slika 18. Dimenzijske promjene KSIC-a uspoređene s AP SM SIC-a te svjetlosno polimerizirajućim F2LC i giomerom polimeriziranim različitim polimerizacijskim programima

KM je imao statistički značajno manje skupljanje u odnosu na F2LC polimerizirani bilo kojim polimerizacijskim programom i manje skupljanje PFQ za sva tri polimerizacijska programa. Manje skupljanje imao je i od B2, no ono je statistički značajno bilo jedino kad je B2 polimeriziran *visokim* programom.

KMQ je postigao znatno manje skupljanje nego F2LC i PFQ polimerizirani bilo kojim polimerizacijskim programom.

#### 4.2. REZULTATI MJERENJA MIKROTVRDOĆE PREMA VICKERSU

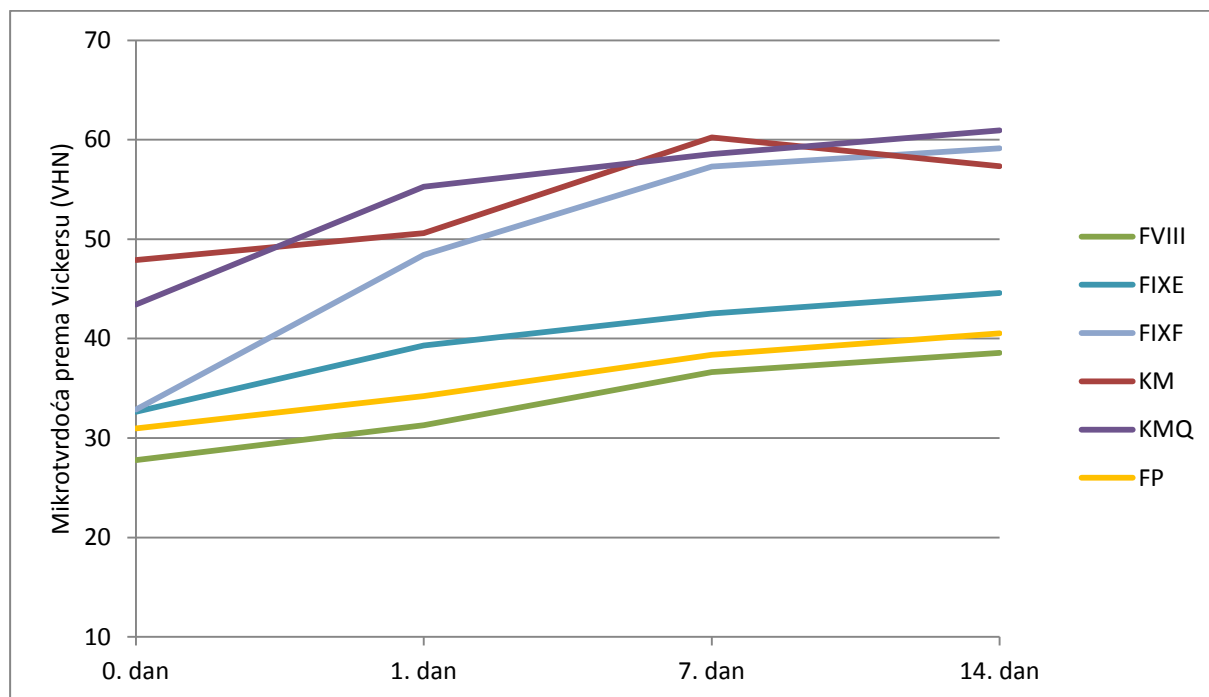
Pri obradi rezultata promatrala se mikrotvrdoća u vremenskim razmacima neposredno nakon stvrdnjavanja (0. dan), 1. dan, 7. dan i 14. dan. U tablici 13. prikazane su srednje vrijednosti i standardne devijacije mikrotvrdoće prema Vickersu u ispitivanim vremenskim razmacima za K SIC-eve i AP SM SIC-eve (FVIII i FP).

Tablica 13. Srednja vrijednost mikrotvrdoće K SIC-eva i AP SM SIC-eva u vremenskim intervalima. Isto malo slovo unutar stupca označava statistički homogenu skupinu ako gledamo utjecaj materijala. Isti veliko slovo unutar retka označava statistički jednaku grupu u odnosu na ispitivano vrijeme

mikrotvrdoća (VHN)								
materijal	0. dana		1. dan		7. dan		14. dan	
	sr.vr.	st.dev	sr.vr.	st.dev	sr.vr.	st.dev	sr.vr.	st.dev
FP	30,97 d,A	2,33	34,22 c,B	1,70	38,38 c,C	1,98	40,54 ac,C	1,84
FVIII	27,79 c,A	1,87	31,30 d,A	1,67	36,62 c,B	3,02	38,55 ac,B	3,12
FIXE	32,65 d,A	1,81	39,30 a,AB	2,86	42,53 a,B	3,20	44,58 a,B	2,37
FIXF	32,86 d,A	2,17	48,40 b,B	3,12	57,30 b,C	3,45	59,15 b,C	5,61
KM	47,90 ab,A	2,80	50,60 ab,A	4,64	60,23 b,B	2,93	57,33 b,AB	4,04
KMQ	43,42 b,A	3,43	55,28 b,A	3,48	58,55 b,B	2,86	60,93 b,B	4,23

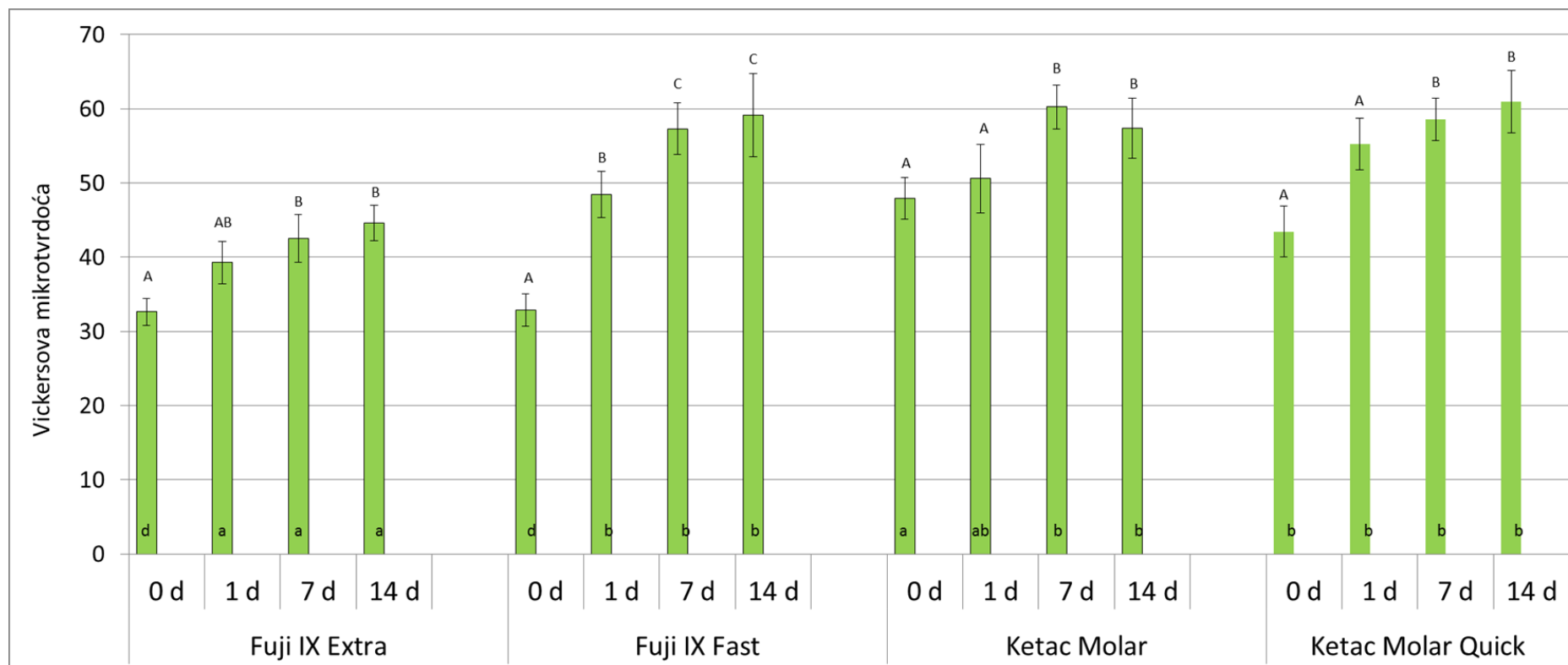
Stupanj mikrotvrdoće materijala prikazanih u tablici 13. rastao je tijekom simulacije umjetnog starenja SIC-eva. Iz dobivenih vrijednosti Tukey post hoc testom išitali smo da je porast mikrotvrdoće bio značajan za svaki materijal u drugome vremenskom periodu, pa su tako AP SM SIC-evi, FP i FVIII imali značajno veće vrijednosti mikrotvrdoće sedmi i četrnaesti dan u odnosu na vrijednosti izmjerene odmah i vrijednosti izmjerene nakon jednog dana. FIXE je bio značajno tvrdi nakon sedam dana i četrnaest dana, nego odmah nakon stvrdnjavanja; FIXF je imao značajno veću mikrotvrdoću u svim vremenskim razmacima u odnosu na

mikrotvrdoću dobivenu odmah nakon stvrđnjavanja; KM je značajno veću mikrotvrdoću imao između mikrotvrdoće mjerene nakon sedam dana i mikrotvrdoće mjerene odmah nakon stvrđnjavanja, dok je KMQ značajno povećanje mikrotvrdoće imao između mjerenja dobivenih odmah nakon stvrđnjavanja s mjerenjima dobivenim nakon jednog dana i nakon četrnaest dana.



Slika 19. Grafički prikaz porasta mikrotvrdoće kroz vrijeme za K SIC-eve i AP SM SIC-eve

Na slici 19. prikazane su vrijednosti mikrotvrdoće za nabrojane materijale, no ako uzmemo u obzir samo K SIC-eve. Iz grafa na slici 20. iščitava se da je pri mjerenju odmah nakon stvrđnjavanja najveću vrijednost mikrotvrdoće imao KMA i bio je statistički značajno tvrdi od FIXE-a i FIXF-a. Nakon jednog dana najveću mikrotvrdoću imao je KMQ, a razlika je bila značajna jedino prema mikrotvrdoći FIXE-a. Nakon sedam dana najveću vrijednost mikrotvrdoće imao je KM, a ona je nakon sedam dana bila značajno različita samo prema FIXE-u. Nakon četrnaest dana najveća mikrotvrdoća izmjerena je na uzorcima KMQ-a te nije bilo značajne razlike u odnosu na mikrotvrdoću mjerenu nakon četrnaest dana izmjerenu na uzorcima FIXF i KM. Značajno veća mikrotvrdoća KMQ-a nakon četrnaest dana bila je u odnosu na FIXE-i mjerena nakon četrnaest dana. Najveći stupanj mikrotvrdoće nakon četrnaest dana imali su KMQ i FIXF (tablica 20.).



Slika 20. Srednja vrijednost ( $\pm$ s. d.) mikrotvrdoće (VHN) konvencionalnih SIC kroz vrijeme (0.,1.,7. i 14.dana). Isto slovo iznad stupca označuje statistički jednake grupe u odnosu na ispitivano vrijeme. Isto malo slovo na dnu stupca označuje statistički homogenu skupinu ako gledamo vrstu materijala

Ako uspoređujemo FP i FVIII, dobivamo značajno veću mikrotvrdoću FP izmjerenu odmah nakon stvrdnjavanja i nakon jedan dan u odnosu na mikrotvrdoće FVIII izmjerene odmah nakon stvrdnjavanja i nakon jedan dan. Razlika između MV-a 7. i 14. dana kod FP i FVIII nije bila značajna (slika 21.).

FTP stvrdnjava se kiselo-baznom reakcijom, no zbog crvenog pigmenta reakcija stvrdnjavanja može biti ubrzana upotrebom polimerizacijskog uređaja. U tablici 14. prikazana je ovisnost srednje vrijednosti i standardne devijacije mikrotvrdoće uzoraka FTP o primjeni različitih programa polimerizacije LED lampom (*visoki, postupni, niski*) i u različitim vremenskim intervalima. Vidimo da nije bilo statistički značajne razlike mikrotvrdoće FTP između uzoraka polimeriziranih različitim polimerizacijskim programima. No, njegova mikrotvrdoća ovisila je o vremenskim intervalima.

Tablica 14. Srednje vrijednosti i standardne devijacije mikrotvrdoće FTP u vremenskim intervalima za različite polimerizacijske programe. Isti veliko slovo unutar stupca označava statistički jednaku grupu u odnosu na ispitivano vrijeme. Razlike unutar retka nisu bile na nivou statističke značajnosti, odnosno utjecaj polimerizacijskog programa nije bio značajan

mikrotvrdoća (VHN)						
materijal	visoki		postupni		Niski	
FTP	sr. vr.	st.dev.	sr. vr.	st.dev.	sr. vr.	st.dev.
0. dan	25,27 A	0,67	25,6 A	1,19	24,25 A	1,06
1. dan	35,3 B	1,64	32,3 A	2,46	38,37 B	2,95
7. dan	39,47 B	2,54	45,32 B	3,77	40,35 B	2,33
14. dan	40,15 B	2,65	44,67 B	4,19	43,6 B	1,19

Srednje vrijednosti mikrotvrdoće svjetlosno polimerizirajućih materijala i AP SM SIC-eva kao funkcije materijala, vremena pohrane i primjenjenog polimerizacijskog programa prikazane su na slici 21. ANOVA test je, uzimajući u obzir svjetlosno polimerizirajuće F2LC, PFQ i B2, pokazao veliku značajnost ( $p < 0.001$ ) učinka čimbenika “materijala”, “vremena” i

“polimerizacijskog programa” s relativnim utjecajem pojedinih čimbenika predstavljenih djelomičnim eta kvadrat odgovarajućim vrijednostima od 0,991, 0,778 i 0,171, tim redom.

Najviša parcijalna eta kvadrat vrijednost za čimbenik „materijal“ znači da se najveća količina varijacija ovisne varijable mikrotvrdoće može pripisati vrsti materijala. Za pojedinačni materijal vrijednosti mikrotvrdoće za ispitivane materijale bile su u sljedećim intervalima: 70,4 – 74,4 za B2 (tablica 15.), 34,1 – 44,1 za F2LC (tablica 16.), 26,7 – 41,1 za PFQ (tablica 17.), 31,0 – 40,5 za FP i 27,8 – 38,6 za FVIII (tablica 13.).

Uzorci B2 imali su značajno veću mikrotvrdoću od uzoraka F2LC-a i PFQ- a u svim vremenskim razmacima za sve polimerizacijske programe.

Tablica 15. Srednje vrijednosti i standardne devijacije mikrotvrdoće B2 u vremenskim intervalima za različite polimerizacijske programe. Isto veliko slovo unutar retka označava statistički jednaku grupu uspoređujući različite polimerizacijske programe. Statistički homogena skupina unutar stupca (polimerizacijskim programima) u odnosu na ispitivano vrijeme označava isto malo slovo

mikrotvrdoća (VHN)						
materijal	visoki		postupni		niski	
<b>B2</b>	sr. vr.	st.dev.	sr. vr.	st.dev.	sr. vr.	st.dev.
0. dan	71,68 A,a	2,48	70,40 A,a	2,53	70,52 A,a	2,71
1. dan	73,51 B,a	2,47	72,04 AB,ab	3,27	70,45 A,a	2,40
7. dan	74,01 B,a	2,16	72,95 AB,ab	1,90	71,98 A,a	1,66
14. dan	74,24 A,a	1,82	74,40 A,b	2,16	72,53 A,a	2,46

Ako uspoređujemo F2LC i PFQ, vidimo da su uzorci F2LC imali značajno veću mikrotvrdoću od uzoraka PFQ za sva tri polimerizacijska programa u svim vremenskim razmacima, osim kod primjene *niskog* programa između mikrotvrdoća izmjerenih nakon 7 i 14 dana te kod primjene *visokog* programa između mikrotvrdoća izmjerenih nakon 14 dana. Čimbenik “vrijeme” imao je značajnu interakciju ( $p < 0.001$ ) s čimbenikom “materijalom”, odražavajući izraženije poboljšanje mikrotvrdoće kroz vrijeme u grupi staklenoionomernih matrijala u

odnosu na giomer. Nakon četrnaest dana poboljšanje kod giomera bilo je u visini 2,9 – 5, 7% u usporedbi s neposrednim vrijednostima mikrotvrdoće (0. dan), dok je kod staklenoionomernih materijala zabilježeno poboljšanje u iznosu od 20,9 – 22,4 % u F2LC-a, 47,7 – 51,0 % u PFQ-a, 30,9 % u FP-a i 38,7 % u FVIII.

SP SM SIC-evi, F2LC i PFQ, imali su porast mikrotvrdoće kroz vrijeme maturacije za sve polimerizacijske programe. Na slici 21. vidimo da je mikrotvrdoća uzoraka F2LC nakon polimerizacije *visokim* programom imala najveće vrijednosti te da je mikrotvrdoća rasla kroz cijelo vrijeme pohrane materijala. F2LC polimeriziran *visokim* programom imao je značajno manju mikrotvrdoću izmjerenu odmah u odnosu na sva druga mjerenja (1., 7. i 14. dan). Identičan odnos nižih vrijednosti mikrotvrdoće izmjerenih odmah sa svim drugim mikrotvrdoćama dobili smo i nakon primjene *postupnog* polimerizacijskog programa kod F2LC.

Tablica 16. Srednja vrijednost mikrotvrdoće F2LC u vremenskim razmacima nakon primjene triju polimerizacijskih programa. Isto veliko slovo unutar retka označava statistički jednaku grupu uspoređujući različite polimerizacijske programe. Statistički homogena skupina unutar stupca u odnosu na ispitivano vrijeme označava isto malo slovo

mikrotvrdoća (VHN)						
materijal	visoki		postupni		niski	
<b>F2LC</b>	sr. vr.	st.dev.	sr. vr.	st.dev.	sr. vr.	st.dev.
0. dan	36,04 A,a	2,14	35,78 A,a	2,0	34,09 A,a	2,22
1. dan	40,16 A,b	2,43	39,0 A,b	1,95	39,0 A,b	2,12
7. dan	42,51 A,bc	2,07	41,34 A,bc	2,42	39,66 A,b	2,57
14. dan	44,12 B,c	2,72	43,21 AB,c	2,29	41,20 A,b	2,04

Tablica 17. Srednje vrijednost i standardne devijacije mikrotvrdoće PFQ u vremenskim intervalima za različite polimerizacijske programe. Isto malo slovo unutar stupaca (polimerizacijskog programa) označava statistički homogenu skupinu u odnosu na ispitivano vrijeme

mikrotvrdoća (VHN)						
materijal	visoki		postupni		niski	
PFQ	sr. vr.	st.dev.	sr. vr.	st.dev.	sr. vr.	st.dev.
0. dan	27,21 a	1,68	27,08 a	1,76	26,72 a	2,06
1. dan	36,77 b	2,82	34,52 b	2,54	34,50 b	2,78
7. dan	38,13 bc	2,75	37,57 c	1,67	37,43 c	1,96
14. dan	41,11 c	2,29	40,46 d	2,20	39,44 c	1,78

Iako je bio statistički značajan, utjecaj čimbenika „polimerizacijskog programa” na mikrotvrdoću bio je najslabiji. Taj slabiji utjecaj polimerizacijskog programa na mikrotvrdoću uočljiv je na slici 21. uz preostale čimbenike „ vrijeme” i „ materijal” kao trend porasta redom *niski < postupni < visoki*.

Uzimajući u obzir primjenu različitih polimerizacijskih programa na mikrotvrdoću B2, izmjereno je da se primjenom *visokog* programa polimerizacije materijal nakon četrnaest dana postiže mikrotvrdoću statistički značajniju nego nakon primjene *niskog* polimerizacijskog programa. Razlike između *visokog* i *postupnog* programa kao i *postupnog* i *niskog* nisu bili statistički značajne. Mikrotvrdoća B2 rasla je cijelo vrijeme pohrane, no porast je bio značajan samo pri primjeni *postupnog* polimerizacijskog programa između mikrotvrdoće izmjerene odmah i one izmjerene nakon četrnaest dana.

F2LC, nakon primjene *niskog* polimerizacijskog programa, imao je najmanju vrijednost mikrotvrdoće odmah nakon stvrđavanja i ona je bila značajno manja u odnosu na vrijednosti dobivene nakon jednog dana, sedam dana i 14 dana. Porast mikrotvrdoće nakon primjene *niskog* polimerizacijskog programa između jednog dana, sedam dana i 14 dana nije bio značajan. Ako uspoređujemo utjecaj polimerizacijskog programa na mikrotvrdoću uzoraka



F2LC iščitavamo da je mikrotvrdoća bila najveća nakon primjene *visokog* polimerizacijskog programa u svim vremenskim razmacima, a značajna je bila jedino nakon 14 dana između *visokog* i *niskog* programa (tablica 16.).

Najveću vrijednost mikrotvrdoće PFQ imao je nakon četrnaest dana od primjene *visokog* programa polimerizacije. Kod PFQ-a izmjerili smo veće vrijednosti mikrotvrdoće za *visoki* polimerizacijski program u svim vremenskom intervalima, no razlika između različitih polimerizacijskih programa nije bila značajna. Nakon primjene *visokog* polimerizacijskog programa PFQ je imao značajan porast mikrotvrdoće u svim vremenskim razmacima u odnosu na vrijednost mikrotvrdoće odmah nakon stvrdnjavanja. Najveća vrijednost mikrotvrdoće kod primjene *postupnog* polimerizacijskog programa za PFQ dobivena je nakon 14 dana i bila je značajno veća u odnosu na mikrotvrdoću izmjerenu odmah nakon stvrdnjavanja, nakon jednog dana i nakon sedam dana. PFQ nakon primjene *niskog* polimerizacijskog programa imao je vrijednost mikrotvrdoće izmjerene odmah nakon stvrdnjavanja značajno manju u odnosu na mikrotvrdoću u svim vremenskim razmacima. Vrijednost mikrotvrdoće nakon jednog dana također je bila značajno manja u odnosu na sedam dana i 14 dana.

Uspoređujući SP SM SIC-eve, F2LC i PFQ nakon primjene *visokog* polimerizacijskog programa sa AP SM SIC-evima, FP i FVIII dobivamo veće vrijednosti mikrotvrdoće za SP SM SIC-eve, F2LC i PFQ.

F2LC je imao značajno veću mikrotvrdoću u odnosu na sve mikrotvrdoće izmjerene kod FVIII. Uspoređujući s FP, F2LC je imao značajno veću mikrotvrdoću u odnosu na mikrotvrdoću FP-a svim vremenskim intervalima, osim za mjerenje nakon 14 dana. Ta razlika nije bila značajna.

PFQ je također imao veću mikrotvrdoću u odnosu na FP i FVIII, a razlika mikrotvrdoće bila je značajna jedino između mjerenja odmah nakon stvrdnjavanja u odnosu na FP i između mjerenja nakon jednog dana u odnosu na FVIII (slika 21.).

Najveće vrijednosti mikrotvrdoće nakon polimerizacije uzoraka *visokim* polimerizacijskim programom bile su za uzorke B2. Vrijednosti su bile značajno različite u svim vremenskim intervalima te se mogu iščitati iz tablice 18.

Tablica 18. Srednje vrijednosti i standardne devijacije mikrotvrdoće materijala u različitim vremenskim intervalima primjenom *visokog* polimerizacijskog programa. Isto malo slovo unutar stupca označava statistički homogenu skupinu ako gledamo utjecaj materijala

mikrotvrdoća (VHN)								
materijal	0. dan		1. dan		7. dan		14. dan	
	sr. vr.	st.dev.	sr.vr.	st.dev.	sr.vr.	st.dev.	sr.vr.	st.dev.
F2LC	36,04 b	2,14	40,16 b	2,43	42,51 b	2,07	44,12 b	2,72
PFQ	27,21 c	1,68	36,77 c	2,82	38,13 c	2,75	41,11 bc	2,29
B2	71,68 a	2,48	73,51 a	2,47	74,01 a	2,16	74,24 a	1,82

Srednje vrijednosti i standardne devijacije mikrotvrdoće materijala primjenom *postupnog* polimerizacijskog programa prikazane su u tablici 19. Primjenom *postupnog* polimerizacijskog programa najveće vrijednosti mikrotvrdoće bile su također za uzorke B2. Razlike su bile značajne između uzoraka B2 u odnosu sa sve druge materijale u svim vremenskim intervalima.

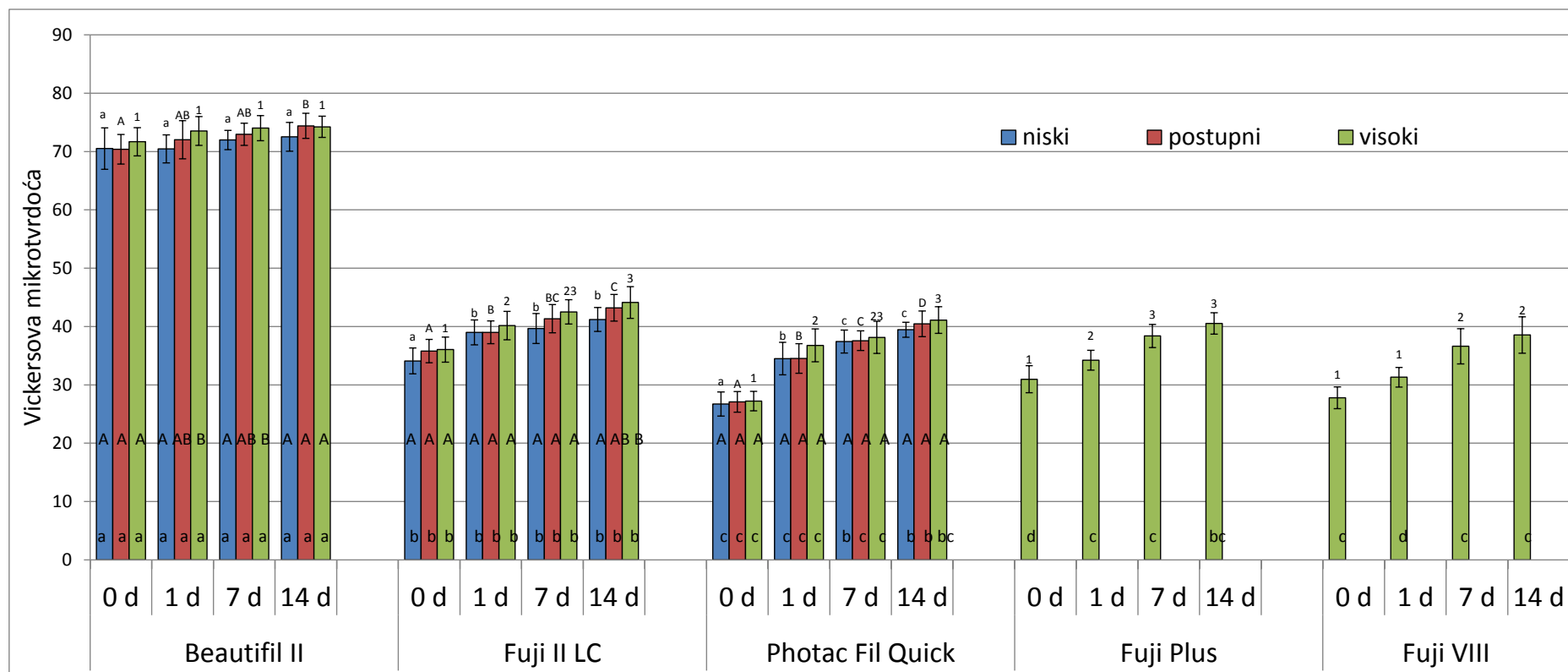
Tablica 19. Srednje vrijednosti i standardne devijacije mikrotvrdoće materijala primjenom *postupnog* polimerizacijskog programa. Isto malo slovo unutar stupca označava statistički homogenu skupinu ako gledamo utjecaj materijala

mikrotvrdoća (VHN)								
materijal	0. dan		1. dan		7. dan		14. dan	
	sr. vr.	st.dev.	sr. vr.	st.dev.	sr. vr	st.dev.	sr. vr	st.dev.
F2LC	35,78 b	2,0	39,0 b	1,95	41,34 b	2,42	43,21 b	2,29
PFQ	27,08 c	1,76	34,52 c	2,54	37,57 c	1,67	40,46 b	2,20
B2	70,40 a	2,53	72,04 a	3,27	72,95 a	1,90	74,40 a	2,16

U tablici 20. prikazane su prosječne vrijednosti i standardne devijacije mikrotvrdoće dobivene nakon primjene *niskog* polimerizacijskog programa. Iz nje vidimo da su najveće vrijednosti mikrotvrdoće imali uzorci B2.

Tablica 20. Srednje vrijednosti i standardna devijacija mikrotvrdoće primjenom *niskog* polimerizacijskog programa. Isto malo slovo unutar stupca označava statistički homogenu skupinu ako gledamo utjecaj materijala

mikrotvrdoća (VHN)								
materijal	0. dan		1. dan		7. dan		14. dan	
	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.	sr. vr.	st. dev.
F2LC	34,09 b	2,22	39,0 b	2,12	39,66 b	2,57	41,20 b	2,04
PFQ	26,72 c	2,06	34,50 c	2,78	37,43 b	1,96	39,44 b	1,78
B2	70,52 a	2,71	70,45 a	2,40	71,98 a	1,66	72,53 a	2,46



Slika 21. Srednja vrijednost ( $\pm$ s. d.) mikrotvrdoće (VHN) ispitivanih materijala kao funkcija polimerizacijskog programa i postiradijacijskog vremena. Isto slovo iznad stupca označuje statistički jednake grupe u odnosu na ispitivano vrijeme, uključujući svaki polimerizacijski program redom: malo slovo – niski, veliko slovo – postupni i broj – visoki. Isto veliko slovo na sredini stupca označuje statistički jednaku grupu uspoređujući (ako gledamo utjecaj) različite polimerizacijske programe. Isto malo slovo na dnu stupca označuje statistički homogenu skupinu ako gledamo utjecaj materijala

## **5. RASPRAVA**

## **5.1. DIMENZIJSKE PROMJENE STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA**

Sve veći broj danas dostupnih suvremenih SIC-eva, njihova raznolikost i njihova sve veća primjena u širokom spektru kliničkih indikacija, promatrano u svjetlu neizbježnog skupljanja materijala sa svim mogućim posljedicama, nameće važnost novih spoznaja o njihovim dimenzijskim promjenama. Mnogi istraživači i dalje vide SIC kao materijal s niskim stupnjem skupljanja zbog K SIC koji ne sadržava smolu i stvrdnjava se kiselo-baznom reakcijom. No, jedan dio istraživača prepoznao je SIC-eve kao materijale koji mogu imati značajno skupljanje, usporedivo čak s kompozitnim materijalima (48, 92, 93).

Dimenzijske promjene materijala tijekom stvrdnjavanja mijenjaju strukturu materijala i mogu utjecati na adheziju što uvelike pridonosi stvaranju rubne pukotine i mikropropuštanja. Mikropopuštanje, kao posljedica skupljanja, može uzrokovati promjenu boje zuba, poslijeoperativnu osjetljivost zuba, a zbog prodora bakterija i vrlo ozbiljne probleme kao što su sekundarni karijes, upalna reakcija pulpe i gubitak restauracija (48).

Dok se u središtu pozornosti u raspavama oko polimerizacijskog skupljanja i posljedičnog stresa nalaze kompozitni materijali, važnost polimerizacijskog skupljanja SIC-eva nije dovoljno ispitana (93, 94).

Postupak digitalne laserske interferometrije, korišten u ovom istraživanju, omogućuje bilježenje dimenzijskih promjena i izračunavanje linearnog skupljanja materijala. Postupak je pouzdan i prethodno dokazan u praćenju dinamičkih promjena pri mjerenju skupljanja kompozitnih materijala (59, 89, 95).

Mjerenja u uređaju za lasersku interferometriju započela su odmah nakon pripreme uzorka i trajala su tijekom cijelog vremena stvrdnjavanja materijala, za razliku od ranijih mjerenja koja su mjerila ukupno skupljanje materijala bez mogućnosti njihova praćenja u stvarnom vremenu stvrdnjavanja (96–100). Priprema uzoraka trajala je otprilike 45 s nakon završetka miješanja kapsula. Kod svih interferometrijskih mjerenja, odnosno u početnoj fazi stvrdnjavanja materijala zabilježena je faza ekspanzije materijala. Stoga je moguće pretpostaviti da je ekspanzija postojala i tijekom pripremanja uzorka što je trajao 45 s prije početka interferometrijskih mjerenja. KM je imao najveću početnu ekspanziju koja je trajala oko  $4,0 \pm 0,7$  min, a ekspanzija KMQ bila je nešto manja i trajala je  $3,4 \pm 0,8$  min. No, i KM i KMQ

imali su manje skupljanje u usporedbi s ostalim SIC-evima (slika 18.). Preostala dva K SIC-a (FIXF i FIXE) imali su ekspanziju u trajanju  $2,0 \pm 0,4$  min i  $0,8 \pm 0,3$  min redosljedom ekspanzije od većeg prema manjem  $F9F > F9E$ . SP SM SIC i giomer (F2LC i B2) također su imali laganu početnu ekspanziju tijekom osvjetljavanja. Iz krivulja na slici 18. (log skala s razvučenih prvih 10 sekundi), vidimo da su K SIC-evi ekspandirali između prvih  $0,8 \pm 0,3$  min i  $4,0 \pm 0,7$  min, dok su se SP SM SIC i giomer ekspandirali tijekom početnih 10 sekundi svjetlosne polimerizacije. AP SM SIC (FVIII i FP) imali su ekspanziju u trajanju  $1,2 \pm 0,3$  min i  $1,0 \pm 0,2$  min. Razlika u trajanju ekspanzije između K SIC-a i SM SIC-a ukazuje da se kiselo-bazna reakcija kod K SIC-eva odvija neometano. Budući da je ekspanzija SP SM SIC-eva ograničena na prvih 10 s svjetlosne polimerizacije može se pretpostaviti da svjetlosna polimerizacija smolastog monomera utječe na odvijanje kiselo-bazne reakcije, te se kiselo-bazna reakcija odvija znatno sporije. Može se pretpostaviti da je inicijalna ekspanzija materijala koji sadrže smolastu komponentu ograničeno polimerizacijom monomera i njegovim umrežavanjem.

FTP imao je ekspanziju oko 40 sekundi nakon primjene izvora svjetlosti. Razlog njegovoj većoj ekspanziji tijekom svjetlosne polimerizacije jest u tome što on pripada u grupu K SIC-eva i sadrži nespecificiranu komponentu koja reagira na toplinu iz izvora svjetlosti što ubrzava stvrdnjavanje materijala.

Bilo bi korisno da ekspanzija koja se pojavljuje u ranoj fazi stvrdnjavanja traje duže jer se tako moglo kompenzirati negativne učinke skupljanja i smanjiti vrijeme skupljanja (51). Kao što smo ranije spomenuli, K SIC-evi imali su veću ekspanziju koja je trajala duže u usporedbi sa ekspanzijom SM SIC-a. Početna ekspanzija F2LC i B2 bila je niska u usporedbi s posljedičnim skupljanjem (slika 18.). No, unatoč opaženoj ekspanziji, zbog velike varijabilnosti između uzoraka u ranoj fazi mjerenja nije ju bilo moguće precizno izmjeriti. Ta rana ekspanzija također je zapažena u istraživanju Bryanta i Mahlera (48), ali također nije bila izmjerena zbog nestabilnosti materijala u početnoj fazi stvrdnjavanja.

Dosadašnje studije dokazuju da su dimenzijske promjene materijala ovisne o kemijskom sastavu materijala i eksperimentalnim uvjetima (2). Budući da KSIC-evi ne sadržavaju smolu mogu se smatrati sporstvrdnjavajućim materijalima što stvara manji stres na adhezivnoj površini između zuba i restauracije (48). Skupljanje SIC-a izazvano je kiselo-baznom reakcijom koja pretvara viskozni materijal u čvrstu masu, rezultirajući povećanjem gustoće s pratećim smanjenjem volumena. Skupljanje kiselo-baznom reakcijom je sporo u odnosu na skupljanje kompozitnih materijala, a u prvih 10 minuta SIC-evi ostvaruju samo 40 – 50 %

konačnog skupljanja (100). Budući da dodavanje smole mijenja način stvrdnjavanja SM SIC-a te time dolazi do većeg skupljanja u usporedbi s K SIC-evima (57, 97, 101). Stoga SM SIC-evi mogu imati značajno skupljanje tijekom stvrdnjavanja (53, 48). U ranijim studijama također je potvrđeno kako je skupljanje SIC-eva u rangu sa skupljanjem kompozitnih materijala (100).

U ovom istraživanju vrijednosti linearnog skupljanja K SIC-eva bile manje u usporedbi sa svjetlosno polimeriziranim materijalima i kretale su se između 0,47 % do 1,14 %, dok su se vrijednosti linearnog skupljanja SP SM SIC-eva kretale od 1,11 % do 1,65 %, a linearno skupljanje giomera bilo je između 0,80 % i 1,15 %. Rezultati skupljanja dobiveni u ovom istraživanju podudaraju se s rezultatima skupljanja drugih autora: Grajower i sur. (55) izmjerili su vrijednosti linearnoga polimerizacijskog skupljanja K SIC-a između osam minuta i osam sati nakon miješanja u iznosu od 2,21 % na suhom zraku, 1,19 % na vlažnom zraku i 0,47 % u vodi. Unatoč velikoj količini objavljenih podataka o skupljanju materijala, teško je usporediti rezultate različitih studija zbog varijacija u metodologiji, različitih uvjeta ispitivanja, različitih SIC materijala i polimerizacije uređajima različitih intenziteta svjetlosti. U istraživanju Bryant i Mahler (48) mjereno je volumno skupljanje iz linearnog pomaka po metodi Watts i Cash. Izmjerili su skupljanja u iznosu od 2 % za K SIC-e, 2,1 % za kompozitne materijale, 2,55 % za SM SIC-eve i za kompomere 2,9 %. Feilzer i sur. (43) dobili vrijednost volumnog skupljanja K SIC-a u iznosu od 1,9 % nakon 10 minuta. Ove slične vrijednosti skupljanja SIC-eva i kompozita, iznenadili su mnoge istraživače koji su povezivali staklenoionomerne materijale isključivo s manjim skupljanjem. Prikazani rezultati skupljanja sugeriraju da razlike ispitivanih materijala (SIC, SM SIC i kompozitni materijali) i greške tijekom skupljanja proizlaze iz različitog mehanizma stvrdnjavanja (stvrdnjavanje s ili bez utjecaja svjetlosti) i tehnike nanošenja materijala prije nego iz njihove sklonosti većem skupljanju. Uglavnom, Bryant i Mahler (48) dobili su volumno skupljanje različitih SIC i kompozitnih materijala u rasponu od 2% do 5%. Ovo volumno skupljanje odgovara linearnom skupljanju od 0,75% do 1,72%, što se podudara s našim rezultatima skupljanja koji su u rasponu od 0,47% do 1,65%. Međutim, konkretne brojčane vrijednosti dobivene u našem radu ne mogu se izravno usporediti s onima iz drugih studija zbog jedinstvene geometrije uzoraka i uvjeta mjerenja. Glavno ograničenje našeg eksperimentalnog postava je da pozicioniranje diskoidnih uzoraka velikog promjera između PET film na koje je materijal djelomično pričvršćen može djelovati kao vanjski ograničavajući faktor na skupljanje



materijala. Štoviše, sama težina ogledala koji je postavljen na površinu nestvrdnutog uzorka moguće može ometati opseg i smjer skupljanja.

Također su naveli i veće skupljanje manje viskoznih materijala koje se može reducirati tehnikom nanošenja materijala u slojevima.

U ovom istraživanju KM je imao značajno manje skupljanje u usporedbi s FIXE-om i FIXF-om. Također, KMQ je imao manje skupljanja u usporedbi s FIXE-om i FIXF-om, no značajno manje skupljanje imao je u usporedbi s KMQ-om i s FIXF-om. Manje skupljanje KM-a i KMQ-a u usporedbi s FIXE-om i FIXF-om mogu se pripisati veličini čestica praška. Prosječna veličina čestica praška kod KM-a i KMQ-a manja je ( $4,7 \mu\text{m} : 6,6 \mu\text{m}$ ) u usporedbi s česticama kod Fuji IX Extra i Fuji IX Fast ( $14,9 \mu\text{m} : 7,13 \mu\text{m}$ ). Manje čestice znače manje skupljanje zbog manjeg razmaka između čestica i manjeg omjera volumena matriksa (102). Omjer praška i tekućine također utječe na skupljanje materijala. Što je veći omjer praška i tekućine manje je skupljanje jer dio čestica praška ostaje neizreagiran u matrici visokog viskoziteta (19). To je u suprotnosti s našim rezultatima jer su u ovom istraživanju Fuji IX Extra i Fuji IX Fast, koji u svom sastavu imaju veći omjer praška i tekućine (FIXF  $3,6 \text{ g} : 1 \text{ g}$ ; FIXE  $4,0 \text{ g} : 1,2 \text{ g}$ ), imali veće skupljanje od KM-a i KMQ-a s nižim omjerom prašak/tekućina (KM  $3,4 \text{ g} : 1 \text{ g}$ ; KMQ  $3,4 \text{ g} : 1 \text{ g}$ ). Međutim, uspoređujući KM i KMQ, koji imaju isti omjer praška i tekućine ( $3,4 \text{ g} : 1 \text{ g}$ ), ali različitu veličinu čestica (KM  $4,7 \mu\text{m}$  i KMQ  $6,6 \mu\text{m}$ ), možemo zaključiti da veći utjecaj na skupljanje tijekom stvrdnjavanja ima veličina čestica nego omjer praška i tekućine. Skupljanje KM-a bilo je manje od skupljanja KMQ-a (tablica 11.).

Dobivene vrijednosti skupljanja K SIC-eva u ovom istraživanju bile su manje od vrijednosti skupljanja svih SM SIC-eva. Ti su rezultati u skladu s rezultatima drugih autora koji su mjerili volumne promjene navedenih materijala. U istraživanju Bryanta i sur. (48) volumno skupljanje K SIC-eva iznosilo je od  $0,57 \%$  do  $1,03 \%$  nakon pet minuta i bilo je značajno manje u odnosu na volumno skupljanje SM SIC-eva koje je iznosilo od  $2,09 \%$  do  $6,51 \%$ .

Pored prethodno spomenute činjenice, važan faktor u polimerizacijskom skupljanju materijala ima primijenjeni program polimerizacije i vrlo je važno postići adekvatnu polimerizaciju. Neki su autori zaključili da smanjen intenzitet svjetla dovodi do sporijeg stvrdnjavanja i da može imati koristi kod skupljanja tijekom stvrdnjavanja (103). U literaturi nalazimo ograničen broj istraživanja i informacija o utjecaju različitih polimerizacijskih programa na skupljanje SM SIC-eva tijekom polimerizacije. Iz slike 18. vidljivo je da polimerizacijsko skupljanje B2

i F2LC ovisi o intenzitetu svjetla primijenjenoga polimerizacijskog programa. B2 ima značajno manje skupljanje kada se polimerizira s *niskim* polimerizacijskim programom u usporedbi s *visokim* polimerizacijskim programom. Utjecaj polimerizacijskog programa također je vidljiv na uzorcima F2LC polimeriziranim s trima polimerizacijskim programima, ali razlika između primijenjenih programa polimerizacije nije bila statistički značajna.

Tijekom prvih 20 sekundi skupljanja B2 i F2LC, *postupnim* polimerizacijskim programom uočeno je da je skupljanje manje tijekom izlaganja nižem intenzitetu svjetla i povećava se kako se povećava intenzitet svjetla. Nakon polimerizacije giomera *niskim* polimerizacijskim programom izmjerili smo značajno manje polimerizacijsko skupljanje u odnosu na skupljanje izmjereno nakon primjene *visokog* polimerizacijskog programa. U ovom je istraživanju F2LC imao veće skupljanje od B2. Moguće je da velike pre-polimerizirane S-PRG čestice punila, kod kojih se kiselo-bazna reakcija već dogodila tijekom proizvodnje giomera pridonose manjim polimerizacijskom skupljanju (104).

U ovom istraživanju SP SM SIC-evi skupljali su se više od ispitivanog giomera. Razlog tomu je vjerojatno dvostruka reakcija stvrdnjavanja SM SIC-eva. Prvo dominira brza reakcija polimerizacije monomera, posebno kod SP SM SIC-eva. Spora kiselo-bazna reakcija dodatno je usporene prisutnošću 2-HEMA-e (100). Dakle, osim skupljanja kiselo-baznom reakcijom, polimerizacijska kontrakcija monomera vodi do dodatnog skupljanja. Drugi autori također su mjerili veće skupljanje SM SIC nego kompozitnih materijala, što se slaže s našim nalazima većeg skupljanja F2LC u usporedbi sa skupljanjem kod giomera. U istraživanju Gerdolle i sur. (105) volumno skupljanje FIILC-a nakon 60 sekundi bilo je 3,25 % u odnosu na kompozit Filtek P60, čije je volumno skupljanje u istom vremenu od 60 sekundi iznosilo 1,99 %.

Također, u istraživanju Suiter i sur. (106) SM SIC-evi imali su značajno veće ukupno skupljanje 10 minuta nakon polimerizacije nego kompomeri i kompoziti. No, postgel skupljanje SM SIC-eva u njihovu istraživanju značajno se smanjilo tijekom pohrane uzoraka u vodi.

U ovom istraživanju linearno skupljanje F2LC nakon pet minuta uz polimerizaciju *visokim* polimerizacijskim programom bilo je 1,59 %, a uz iste uvjete linearno skupljanje PFQ bilo je 1,31 %. Dobivene vrijednosti skupljanja, ukoliko preračunamo u volumenske vrijednosti, u skladu su s vrijednostima izmjerenim u istraživanju Attin i sur. (2). U tom istraživanju

izmjereno volumensko skupljanje Fuji II LC nakon pet minuta iznosilo je 3,9 %, a volumensko skupljanje Photac Fil također nakon pet minuta bilo je 2,8 % (2).

Treba naglasiti da su uvjeti ispitivanja u našoj studiji odgovarali kliničkim uvjetima pri izradi restauracije. Mjerenje skupljanja trajalo je malo duže od vremena preporučenog za obradu restauracija prema uputama proizvođača. Mjerali smo skupljanje materijala prije nego li se izloži slini ili vodenom mediju. U ranijim istraživanjima već je dokazan utjecaj različitih eksperimentalnih uvjeta. Tako je Grajowerovom i Guelmannovom (55) istraživanju cilj bio odrediti učinke suhog zraka, vode i vlažnosti na dimenzijske promjene tijekom stvrđavanja jednoga K SIC-a, Ketac-Fila. Otkrili su da je prosječno linearno skupljanje tijekom stvrđavanja Ketac-Fila na 37 °C iznosilo 2,21 % na suhom zraku, 1,19 % na vlažnom zraku i 0,47 % u vodi. Zbog hidrofilne prirode i strukture SIC-a, apsorpcija vode dovodi do djelomične kompenzacije skupljanja (97). Međutim, materijal prolazi kroz određene dimenzijske promjene prije bilo kakvog kontakta s slinom. Stoga, skupljanje se odvija dok je cement još uvijek zaštićen od izlaganja vodi.

Rezultati ovog istraživanja potvrđuju da dimenzijske promjene tijekom stvrđavanja ovise o vrsti materijala: K SIC-i imali su niži stupanj skupljanja od SM SIC i giomera. Hipoteza vezana uz utjecaj materijala na dimenzijske promjene djelomično je prihvaćena; s obzirom na usporedbu KM i KMQ s F2LC polimeriziranim sa sva tri polimerizacijska programa, kao i usporedbom KM s B2 polimeriziranim s *visokim* polimerizacijskim programom.

Hipoteza utjecaja polimerizacijskog programa također je djelomično prihvaćena jer su razlike između polimerizacijskih programa bile značajne samo za B2 između *visokog* i *niskog* polimerizacijskog programa. Kod F2LC i PFQ nije bilo značajne razlike između tri polimerizacijska programa.

## **5.2. MIKROTVRDOĆA STAKLENOIONOMERNIH CEMENATA I GIOMERA**

Svoju popularnost SIC-evi u restaurativnoj stomatologiji zahvaljuju svojoj bioaktivnosti i otpuštanju fluorida. Rana otpornost SIC-eva uvjetovana je brojnim faktorima ranije opisanim u literaturi: kemijskim sastavom, strukturom stakla, vrstom, koncentracijom i molekularnom težinom polikarboksilne kiseline i omjerom praška i tekućine. Cattani-Lorente i sur. (107) smatraju da svi nabrojani faktori mogu utjecati na promjene mehaničkih svojstava tijekom vremena i vrlo vjerojatno izazivaju različit učinak, poboljšanja ili pogoršanja njihovih svojstava tijekom vremena. Tijekom četrdeset godina materijali su doživjeli brojne preinake u

svom sastavu s ciljem poboljšavanja njihovih mehaničkih svojstava. Stoga danas na tržištu imamo veliki broj novih materijala poboljšanih mehaničkih svojstava.

Svrha je ovog rada bila ispitati mikrotvrdoću različitih SIC-eva i giomera u vremenskim razmacima odmah nakon preporučenog vremena stvrdnjavanja, nakon jednog dana, nakon sedam dana i nakon četrnaest dana. Osim navedenoga, jedan je od ciljeva rada bio i utvrditi utječe li primjena različitoga polimerizacijskog programa LED polimerizacijskog uređaja na mikrotvrdoću SP SM SIC-a i giomera u ranije navedenim vremenskim razmacima (21).

U ovom istraživanju mikrotvrdoća K SIC-evi rasla je kroz ispitivano vrijeme. Štoviše, svi ispitivani K SIC-evi imali su značajan porast mikrotvrdoće u odnosu na mikrotvrdoću dobivenu odmah nakon preporučenog vremena stvrdnjavanja. To nam ukazuje da su rana ispitivanja mikrotvrdoće loš pokazatelj konačnih svojstava SIC-eva. Ranije studije potvrđuju promjene u mehaničkim svojstvima SIC-eva (62, 108, 109). Utvrđeno je da umrežavanje iona kalcija i iona aluminija s polikarboksilnim kiselinama maksimalno stanje postiže nakon jednog dana, zbog čega se određena stabilnost u mehaničkim svojstvima može utvrditi tek nakon jednog dana (62).

Mehanička svojstva podložna su promjenama još tjednima i mjesecima nakon stvrdnjavanja, što nam pokazuje da se fizička svojstva SIC-eva mijenjaju kroz vrijeme. Taj je fenomen povezan sa sporom kiselo-baznom reakcijom stvrdnjavanja i potvrđuje da rana svojstva nisu dobar pokazatelj za dugotrajnu prognozu restauracije (62, 109). Reakcija stvrdnjavanja svih SIC-eva jest spora i prolongirana te stoga može postojati stalni porast čvrstoće koji se očekuje još mjesecima nakon postavljanja cementa (110).

Općenito, mehanička svojstva materijala se mogu poboljšati povećanjem omjera praška i tekućine, kao i povećanjem količine i smanjenjem veličine čestica punila.

FIXE, FIXF, KM i KMQ su visokoviskozni SIC-evi, što znači da u svom sastavu imaju veliki udio praška, veći u odnosu na niskoviskozne SIC-eve. Najveću mikrotvrdoću imali su KM i KMQ u svim vremenskim razmacima. Mogući razlog većih vrijednosti mikrotvrdoće pripadnika „Ketac obitelji“ leži u njihovim manjim česticama stakla. KMQ ima visok omjer praška i tekućine 0,34 : 0,1 g, dok je srednja vrijednost veličine čestica stakla 6,6  $\mu\text{m}$ . KM Aplicap ima omjer praška i tekućine 0,34 : 0,1 g; a srednja veličina čestica je 4,7  $\mu\text{m}$ . (82, 83, 102). Rezultati ovog istraživanja u skladu su s rezultatima Xie i sur. (111). U njihovom je istraživanju autor potvrdio hipotezu kako „Ketac obitelj“ ostvaruje veće vrijednosti tvrdoće

po Knoopu kad se uspoređuje s drugim materijalima zbog čvrsto upakiranih čestica stakla u matrici. Prisustvo različitih veličina i oblika čestica stakla u polimernoj matrici očigledno je drugi razlog za veće vrijednosti mikrotvrdoće (111).

U ovom istraživanju vrijednosti mikrotvrdoće za uzorke FIXE i FIXF rasle su kroz cijelo vrijeme mjerenja. FIXF je imao veće vrijednosti mikrotvrdoće od FIXE u svim vremenskim razmacima. Te su vrijednosti u skladu s rezultatima dobivenim u istraživanju Yap i sur. (21), koji su dobili vrijednosti mikrotvrdoće mjerene nakon sedam dana za FIXF značajno veće od mikrotvrdoće FIX GP u istom vremenu. Stvrđnjavanje FIXF brže je nego FIX GP. To je pripisano manjoj srednjoj veličini čestica u FIXF-u, koje iznose približno pola veličine čestica prisutnih u FIX GP-u. Manje čestice stakla rezultiraju većom površinom djelovanja poliakrilne kiseline i stakla te reakcija vodi do brže maturacije cementa. Drugi mogući uzrok brže maturacije nalazi se u omjeru praška i tekućine. Tako je omjer praška i tekućine u FIXF-u 0,36 : 0,1 g, dok kod FIX GP-a taj omjer iznosi 0,35 : 0,10 g. Razlika može biti i u tekućem dijelu (21). FIXE ima omjer praška i tekućine 0,40 : 0,12 g s veličinom čestica 7,13  $\mu\text{m}$ ; FIXF ima čestice srednje veličine 7,13  $\mu\text{m}$ , a FIX GP 13,43  $\mu\text{m}$  (113).

Važan napredak u staklenoionomernoj tehnologiji predstavlja razvoj SM SIC-eva. Oni su trebali poboljšati mehanička svojstva i reducirati ranu osjetljivost na vlagu K SIC-eva uz očuvanje njihovih prednosti kao što su estetska svojstva, samoadhezija za zubna tkiva, otpuštanje fluorida i toplinska izolacija (108).

U ovom istraživanju K SIC-evi imali su veću mikrotvrdoću u odnosu na sve SM SIC-eve u svim vremenskim razmacima. Rezultati istraživanja Xie i sur. (111) i Ellakuria i sur. (62) sukladni su rezultatima ovog istraživanja, odnosno, da dodavanje smole u SM SIC-eve ne poboljšava mikrotvrdoću tih materijala. SM SIC-evi sadržavaju osnovnu komponentu K SIC-eva spojenu s organskim topivim monomerom, 2-HEMA-e i odgovarajući inicijator polimerizacije (62). Dakle, reakcija stvrđnjavanja SM SIC-a dosta je složena u odnosu na reakciju stvrđnjavanja K SIC-eva, osobito u smislu interakcija između HEMA-e i drugih sastojaka. Smatra se da HEMA utječe na konfiguraciju poliakrilne kiseline i također potiče moguće razdvajanje faza jer su komponente u polimeriziranoj HEMA-i netopive u vodi i mogu istjecati iz otopine. HEMA također smanjuje topljivost poliakrilne kiseline smanjujući njezinu dostupnost za reagiranje s česticama stakla. Ukupni učinak dodavanja HEMA-e u K SIC kao SM SIC jest smanjena reakcija stvrđnjavanja kiselo-baznom reakcijom, što može rezultirati materijalom slabijih fizikalnih svojstava (108). Umetanje HEMA-e u matricu

sprečava kompletno formiranje polikiselinske matrice inhibirajući kiselo-baznu reakciju u tim materijalima (62). U istraživanju Ellacuria i sur. (62) Ketac-Silver je imao porast mikrotvrdoće kroz period od jedne godine zbog čestica srebra koje su ostvarile ionsku vezu u matrici materijala. SM SIC-evi imali su veću mikrotvrdoću nakon petnaest dana nego nakon jedne godine. Pad mikrotvrdoće SM SIC-eva nastaje zbog velikog sadržaja hidrofilnih grupa u matrici ovih materijala koje apsorbiraju veliku količinu vode stvarajući plastificirajući efekt koji vodi smanjenju mikrotvrdoće SM SIC-eva. Fuji II LC nije imao značajnu razliku između mikrotvrdoće nakon jednog i 180 dana, dok je Photac Fil pokazao pad mikrotvrdoće u istim vremenskim periodima zbog različitog sastava i koncentracije kiselinskog dijela u odnosu na Fuji II LC. Treći predstavnik ove grupe imao je konstantni porast mikrotvrdoće kroz cijelo vrijeme ispitivanja zbog odvijanja trostruke reakcije polimerizacije i prisutnosti redoks-katalizatora aktiviranog vodom iz medija pohrane (62).

SIC su hidrofilni materijali. Voda je važan sastojak SIC-a i ima važnu ulogu u reakciji stvrdnjavanja. Stoga su SIC-evi osjetljivi na primanje i gubitak vode. Voda je odgovorna za prijenos iona kalcija i aluminija koji će reagirati s polikiselinom kako bi se formirala poliakrilna matrica. Pri gubitku vode cement dehidrira, reakcija stvrdnjavanja može biti zaustavljena i pojavljuju se pukotine na površini cementa. S druge strane, prerano izlaganje vodi dovodi do otapanja sastojaka, slabijih fizičkih svojstava i gubitka translucencije. Kod SM SIC-a polimerizirani monomer djeluje poput „kišobrana“ i štiti cement, odnosno kiselo-baznu reakciju od vlage. Međutim, u konačnici SM SIC-evi apsorbiraju više vode zbog prisutnosti hidrofilne HEMA-e u tekućem dijelu materijala (114). U istraživanju Cefaly i sur. (114) pronađena je korelaciju između pada fizičkih svojstava i apsorpcije vode SM SIC-eva. SM SIC-evi apsorbiraju statistički značajno više vode od kompozitnih materijala.

Cattani-Lorentea i sur. (107) potvrdili su da voda ima štetan i nepovratan učinak na SIC jer hidrolizom i otapanjem sastojaka nagriza površinu cementa. Uzorci pohranjeni u vodi i naknadno osušeni imaju manju površinsku mikrotvrdoću od uzoraka istog materijala pohranjenih na zraku. Voda ima dva glavna učinka na SM SIC. U prvom redu, voda difundira kroz uzorke i uglavnom djeluje kao plastifikator, smanjujući njihovu savojnu čvrstoću (engl. *flexural strength*) i tvrdoću. Taj je utjecaj reverzibilan i jednom kad se voda ukloni iz materijala, savojna čvrstoća i tvrdoća materijala vraćaju se na početnu razinu. Drugo, voda djelomično otapa komponente cementa. Taj učinak je ireverzibilan i s vremenom slabi savojna čvrstoća i mikrotvrdoća SIC-eva. Promjene koje se događaju u vodi ne moraju se

dogoditi i u oralnom okruženju. U usnoj šupljini, vjerojatno će utjecaj vode biti manji zbog prisustva soli i proteina iz sline (107).

Ranije je pokazano kako su se mehanička svojstva staklenih ionomera također poboljšavala povećanjem omjera praška i tekućine. Niže vrijednosti mikrotvrdoće SM SIC-a F2LC u usporedbi s viskoviskoznim staklenim ionomerom pripisuju se višem omjeru praška i tekućine kod viskoviskoznih SIC-eva i apsorpciji vode smolaste komponente u F2LC. Kanachanasita i sur. (28) potvrdili su kako SM SIC-evi smolom mogu apsorbirati vodu do 7 % ukupne mase materijala. Količina vode koju SM SIC-evi mogu apsorbirati ovisi o količini poli-(HEMA) u cementu (115).

Unatoč tome, SM SIC-evi čine stabilnu skupinu restaurativnih materijala s dobrim kliničkim svojstvima. Ipak, moguća je potencijalna citotoksičnost zbog prisutnosti rezidualnog monomera (116). Palmer i sur. (117) istražili su oslobađanje HEMA-e iz Fuji Lining LC, Vitremer, Vitrebond i Fuji II LC i otkrili različito ponašanje materijala s obzirom na različito vrijeme stvrdnjavanja. Potvrđeno je da nedovoljna količina svjetlosne energije rezultira nižim stupnjem konverzije, što za posljedicu ima slabija mehanička svojstva materijala.

Osim zbog potencijalne citotoksičnosti, vrlo je važno postići adekvatnu polimerizaciju smole da bi se osigurala i osnovna mehanička svojstva i dugotrajnost restauracija (118). Osim čimbenika povezanih s materijalom, na stupanj polimerizacije utječe vrsta polimerizacijskog uređaja, intenzitet zračenja i vrijeme polimerizacije (119).

Različiti tipovi polimerizacijskih uređaja upotrebljavaju za svjetlom aktiviranu polimerizaciju smolastih materijala. Halogeni polimerizacijski uređaji i uređaji temeljeni na svijetlećim diodama (LED) se danas najčešće koriste. Posebno su učinkoviti LED uređaji „treće generacije“ koji generiraju višestruke valne duljine, poprilično učinkovite za polimerizaciju bilo kojeg tipa dentalnih restaurativnih materijala (120).

Također postoje studije koje su uspoređivale mikrotvrdoću SM SIC-a u odnosu na K SIC-eve s obzirom na debljinu uzorka i vrijeme polimerizacije (121).

U ovom istraživanju nije bilo značajne razlike između mikrotvrdoće uzorka PFQ i uzoraka F2LC u svim vremenskim razmacima za sve polimerizacijske programe, osim mikrotvrdoće mjerene odmah nakon polimerizacije *visokim* programom; mikrotvrdoća uzoraka F2LC bila je statistički značajno veća od mikrotvrdoće uzoraka PFQ. S obzirom na sastav tekućeg dijela i sadržaja HEMA-e, više HEMA nalazi se u Photac Fil Quick nego u Fuji II LC. Kod PFQ oko 25 – 50 % udjela čini HEMA, a u F2LC udio HEMA-e iznosi 30 – 35 %. Posljedično, veći udio HEMA-e vodi do veće apsorpcije vode i manje mikrotvrdoće (122, 123).

Svi ispitani materijali u ovom istraživanju imali su različite vrijednosti mikrotvrdoće tijekom vremena i za sve polimerizacijske programe. Vrijednosti mikrotvrdoće mjerene za F2LC polimeriziranih s *visokim* polimerizacijskim programom bile su značajno veće u usporedbi s vrijednostima dobivenim *postupnim* i *niskim* programom, osim između *visokog* i *postupnog* programa nakon 14 dana. PFQ je imao značajno veće vrijednosti mikrotvrdoće nakon 14 dana za uzorke polimerizirane *visokim* programom polimerizacije u usporedbi s *niskim* programom. Pretpostavka je da se primjenom visokog inteziteta svjetla u *visokom* i *postupnom* programu postiže bolja konverzija monomera u polimere te poboljšava njihova mikrotvrdoća. Autori objašnjavaju da samo jednu minutu nakon izlaganja polimerizacijskom svjetlu kroz 20 sekundi velika većina (90 %) monomera se polimerizira (76). Rezultate utjecaja polimerizacijskih programa LED uređaja na mikrotvrdoću SM SIC-eva nismo bili u mogućnosti usporediti s drugim istraživanjima zbog nedostatka istraživanja.

No, u ranijim studijama dokazana je ovisnost mikrotvrdoće kompozitnih materijala po Knoopu koja ovisi o primjeni različitoga polimerizacijskog programa halogenih polimerizacijskih uređaja. U istraživanju Soh i Yap (124) polimerna struktura kompozitnog materijala bila je ovisna o polimerizacijskom programu. Program polimerizacije *Pulse delay* rezultirao je slabijom gustoćom umreženja i slabijom tvrdoćom prema Knoopu. U istraživanju da Silve i sur. (125) pronađena je korelacija mikrotvrdoće i polimerizacijskog programa za kompozitne materijale. Oni su utvrdili veću mikrotvrdoću po Knoopu kod kompozitnih uzoraka polimeriziranih višim polimerizacijskim programom umjesto standardnom i postupnom. Polimerizacijski uređaji koji emitiraju visok intezitet svjetla tijekom prvih 10 do 15 sekundi polimerizacije uzrokuju bržu terminaciju polimerizacije. Navedeno istraživanje pokazalo je da na polimernu strukturu utječe početni intezitet svjetla tijekom polimerizacije. Visoki intezitet izvora svjetla, kao što je bio slučaj kod *visokog* i *postupnog* polimerizacijskog programa, formira više križnih veza u polimernoj mreži (125).

U ovom radu odabran je LED polimerizacijski uređaj jake snage budući da se najčešće upotrebljava u suvremenoj kliničkoj praksi. Tvrdoća je bila ispitana četiri puta. Prvo mjerenje učinjeno je neposredno nakon proizvođačeva preporučenog vremena stvrdnjavanja a potom kroz vrijeme umjetnog starenja od 1., 7. i 14. dana. Pri prvom mjerenju uzorci nisu bili u kontaktu s medijem u kojeg su kasnije pohranjeni, što je oponašalo kliničku situaciju u kojoj je restauracija izolirana od sline i vode tijekom postavljanja i svjetlosne polimerizacije. Nakon toga, restauracije su trajno izložene vlažnim uvjetima tijekom cijeloga njihova trajanja.



U ovom istraživanju izmjerena mikrotvrdoća B2 bila je između  $70,4 \pm 2,5$  i  $74,4 \pm 2,2$  (tablica 15.). Dobivene vrijednosti mikrotvrdoće B2 usporedive su s rezultatima izmjerenim u istraživanju Mobaraka i sur. (77) o utjecaju različitih polimerizacijskih uređaja i inteziteta svjetla na mikrotvrdoću (halogen  $350 \text{ mW/cm}^2$ , LED  $1400 \text{ mW/cm}^2$ , LED  $1100 \text{ mW/cm}^2$ ). U njihovom je istraživanju najveću mikrotvrdoću postignuo Beautifil (ranija verzija B2) koji je sastavom vrlo sličan B2, i to već 15 minuta nakon primjene Bluephase LED polimerizacijskog uređaja (LED  $1100 \text{ mW/cm}^2$ ), što se podudara s našim vrijednostima mikrotvrdoće postignutim *visokim* polimerizacijskim programom odmah nakon stvrdnjavanja (Beautifil  $72,9 \pm 0,9$ ; B2  $71,7 \pm 2,4$ ).

Tijekom 14 dana pohrane mikrotvrdoća B2 je kontinuirano malo porasla. U istraživanju Yap i sur. (115) mikrotvrdoća Beautifila iznosila je  $72,7 \pm 3,8$  nakon pohrane 30 dana u destiliranoj vodi, što je usporedivo s našim rezultatima nakon 14 dana, posebno s vrijednostima mikrotvrdoće postignutim s *niskim* polimerizacijskim programom jer je u njihovom istraživanju korišten LED polimerizacijski uređaj s intezitetom svjetla od  $460 \pm 4 \text{ mW/cm}^2$ . Nažalost, u citiranom radu nije ispitana mikrotvrdoća u ranijim vremenskim intervalima, te nismo mogli usporediti naše rezultate dobivene 0., 1. i 7. Dana.

Bolja mikrotvrdoća giomera u odnosu na SM SIC objašnjena je njihovom pripadnosti u grupu hibridnih materijala te sadržajem komponenti i kompozitnih materijala. Općenito gledano, poboljšanje mehaničkih svojstva kompozitnih materijala u izravnoj je vezi s količinom dodanog punila. Kod B2 sadržaj punila je visok, iznosi 81,5% težine, a također značajno veće vrijednosti mikrotvrdoće uzoraka Beautifil II mogu se pripisati upotrebi izuzetno teškog aluminijeva oksida kao punila (115).

Statistički značajan učinak polimerizacijskog programa identificiran u omnibus testu sugerira da je mikrotvrdoća u pozitivnom odnosu s ukupnom energijom zračenja koju je primila površina uzorka. Energija zračenja (J) koja se emitira sa svakim polimerizacijskim programom (*niski* 9,9 J, *postupni* 14,7 J, *visoki* 17,5 J) (126) odgovara rangu iznosa mikrotvrdoće: *niska* < *srednja* < *visoka*. Nemogućnost statističke analize za otkrivanje značajnih razlika unutar svakog materijala i vremenskog intervala posljedica je vrlo male veličine učinka. Kada je korišten *visoki* polimerizacijski program umjesto *niskog*, razlike u mikrotvrdoći iznosile su oko 1 – 3, što čini poboljšanje u rasponu od 2 – 7 %.

Sličan utjecaj polimerizacijskog programa u polimerizacijskom procesu, primjećen kod obiju ispitivanih skupina materijala, zanimljivo je otkriće jer stvrdnjavanje SM SIC-a uključuje

kiselo-baznu reakciju i polimerizaciju smolastog dijela cementa. Obje reakcije kontrolirane su difuzijom, stoga oblikovanje polimernih mreža narušava difuziju reaktivnih tvari. Budući da je reakcija polimerizacije posredovana slobodnim radikalima brža od kiselo-bazne reakcije, umrežavanje smole događa se prije nego li se glavina kiselo-bazne reakcije dogodi, te polimerizirana smola inhibitorno utječe na brzinu i stupanj odvijanja kiselo-bazne reakcije (30). U istraživanju s pomoću infracrvene Fourier-Transform (FTIR) analize svjetlosno polimerizirajućih SM SIC-a Fuji II LC i Photac Fil Quick Aplicap, brzina kiselo-bazne reakcije bila je najviša tijekom polimerizacije svjetlom. Ti su rezultati objašnjeni padom brzine kiselo-bazne reakcije zbog kontrole difuzije iona stvaranjem mreže metakrilata (gelacije) i dodatno doprinosom učinka zagrijavanja koji se pojavljuje zbog egzotermičke reakcije polimerizacije, kao i zbog polimerizacijskog uređaja (127).

Međutim, naši su rezultati pokazali da se mikrotvrdoća SP SM SIC-eva nastavila povećavati tijekom 14 dana. Naši rezultati odgovaraju rezultatima Ellakuria i sur. (62) koji su također utvrdili porast mikrotvrdoće tijekom 15 dana, nakon čega je došlo do smanjenja mikrotvrdoće kroz 12 mjeseci.

Young (128) je istraživao K SIC (Fuji IX) i SM SIC (Fuji II LC Improved) FTIR testom i uočio je dva odvojena difuzijska mehanizma za neutralizaciju kiseline. Ranija, brža reakcija zaustavljena je nakon 30 i 150 minuta, što upućuje na to da je voda koja je potrebna za odvijanje kiselo-bazne reakcije neutralizacije bila iscrpljena nakon određenoga vremenskog perioda. Spora reakcija također je bila kiselo-bazna reakcija ali potaknuta apsorbiranom vodom, pa je tako došlo do kašnjenja kiselo-bazne reakcije. Prema tome, postpolimerizacijsko povećanje mikrotvrdoće može se uglavnom odnositi na nastavak kiselo-bazne reakcije (128).

Postoji nekoliko čimbenika povezanih s materijalima koji mogu utjecati na mehanička svojstva SM SIC-a, a to su: sadržaj monomera, vrsta monomera, volumen i veličina čestica punila, molekularna težina polikiselina, količina poroznosti i sadržaj vode. S aspekta mikrotvrdoće posebno su zanimljivi volumen i veličina čestica. Srednja veličina čestica F2LC i PFQ iznosi 5,9  $\mu\text{m}$  i 5,56  $\mu\text{m}$  (73), a čak i manje u F2LC Improved (128).

Xie i sur. (111) istraživali su mehanička svojstva i mikrostrukturu SIC-a te ustanovili da su mehanička svojstva materijala usko povezana s njihovom mikrostrukturuom. Mikrotvrdoća po Knoopu (KHN) u njihovu je istraživanju bila znatno veća za Fuji II LC Improved nego za Photac Fil, kao što je veća mikrotvrdoća F2LC u odnosu na PFQ izmjerena i u ovom istraživanju. Na temelju SEM analize prijelomnih površina uzoraka autor je sugerirao da se u

slučaju Fuji II LC Improved veća mikrotvrdoća može pripisati homogeno rasprostranjenim sitnim česticama stakla, dok su na prijelomnoj površini Photac Fil uzoraka čestice stakla manje izložene i dobro integrirane u smolastu matricu (111).

Vrijednosti mikrotvrdoće PFQ u ovom istraživanju značajno su porasle s 0 d na 1 d, nakon čega slijedi manje naglašen trend povećanja prema 14 d. Taj se rezultat može objasniti istraživanjem Kakaboura i sur. (129) koji su koristili FTIR analizu i utvrdili da je kiselo-bazna reakcija F2LC, Photac-Fil Aplicap (ranija formulacija PFQ) i Vitremera bila znatno usporena svjetlosnom polimerizacijom. Između ispitivanih materijala, Photac-Fil Aplicap imao je najmanji stupanj kiselo-bazne reakcije. Autori su te nalaze pripisali sastavu materijala, gdje je većina poliakrilne kiseline u suhom obliku dodana prašku, što je zahtijevalo više infiltracije vode za potpunu reakciju. To bi moglo objasniti zašto su u našem istraživanju znatno niže vrijednosti mikrotvrdoće izmjerene za PFQ odmah nakon stvrdnjavanja, kada uzorci još uvijek nisu bili u kontaktu s vodom. Nakon jednog dana pohrane u deioniziranoj vodi apsorpcija vode započela je kiselo-baznu reakciju, što je rezultiralo značajnim povećanjem mikrotvrdoće. Između ispitivanih materijala, uključujući i AP SM SIC-eve, takvo ponašanje opaženo je samo kod PFQ i moglo bi biti posljedica sastava materijala koji proizvođač nije u potpunosti otkrio.

AP SM SIC, FP i FVIII, iako su različite kliničke primjene (cementiranje neizravnih nadomjestaka i restaurativni tretman), postigli su vrijednosti mikrotvrdoće u rasponu od SP SM SIC-eva. Isto tako, utjecaj maturacije bio je sličan onome promatranom u SP SM SIC-evima. Može se pretpostaviti da unatoč tome što je polimerizacija monomera u AP SM SIC-evima duža nego u SP SM SIC-evima, polimerizacija monomera utjecala je na kiselo-baznu reakciju na isti način u obje skupine materijala, što je rezultiralo nastavkom kiselo-bazne reakcije u testiranim vremenskim razmacima i završno se vidjelo kao porast mikrotvrdoće.

U ovom je istraživanju prvo mjerenje mikrotvrdoće obavljeno odmah nakon pripreme uzorka prije izlaganja uzorka vodi ili slini da bi se oponašali klinički uvjeti u ustima. Nakon prvog mjerenja uzorci su bili pohranjeni u deioniziranu vodu tijekom cijelog vremena ispitivanja mikrotvrdoće. Osim toga, poznato je i da mikrotvrdoća varira ovisno o različitoj debljini uzorka (78,91). Stoga je u ovom istraživanju mjerena mikrotvrdoća u površinskom sloju uzorka po uzoru na ranije istraživanje (130).

Vrijednosti mikrotvrdoće dobivene različitim polimerizacijskim programima u pozitivnom su odnosu s energijom zračenja koja je dospjela na površinu uzorka. Usprkos tome što su

statistički značajne, razlike polimerizacijskih programa mogu se smatrati zanemarivima s kliničkog stajališta. Sastav materijala imao je veći utjecaj na vrijednosti mikrotvrdoće, što ukazuje na to da je odabir materijala imao veći utjecaj na mehanička svojstva od polimerizacijskog programa. Pобољшanje mikrotvrdoće zabilježeno je kod svih materijala nakon umjetnog starenja od 14 dana, a dokaz je dugotrajne reakcije stvrdnjavanja.

## **6. ZAKLJUČCI**

U okviru ovog istraživanja dimenzijskih promjena i mikrotvrdoće bioaktivnih materijala moguće je zaključiti slijedeće:

1. K SIC-evi i AP SM SIC-evi imali su početnu ekspanziju u različitom trajanju ovisno o materijalu te posljedično prateće skupljanje. Linearno skupljanje K SIC-eva je između 0,47 % i 1,14 %. Najveće skupljanje imao je Fuji IX Fast, zatim su ga pratili Fuji IX Extra, Fuji Plus, Fuji VIII, Ketac Molar Aplicap te Ketac Molar Quick Aplicap.
2. K SIC-evi imali su manje skupljanje u odnosu na svjetlosno polimerizirajuće materijale.
3. Polimerizacijski programi nisu imali znatan utjecaj na skupljanje SM SIC-eva. Najveće konačno skupljanje imali su uzorci polimerizirani *postupnim* polimerizacijskim programom. Linearno skupljanje primjenom *postupnog* programa za F2LC iznosi 1,65 % a za PFQ 1,43 %.
4. B2 ima značajno veće skupljanje nakon polimerizacije *visokim* programom u odnosu na *niski* program. Linearno skupljanje giomera polimeriziranog *visokim* polimerizacijskim programom iznosilo je 1,15 %, a *niskim* polimerizacijskim programom bilo je 0,8 %.
5. Polimerizacijski program nije utjecao na skupljanje K SIC, FTP koji u svom sastavu sadrži nespecificiranu komponentu koja reagira na toplinu iz izvora svjetlosti te ubrzava kiselo-baznu reakciju.
6. Najveće skupljanje imali su SP SM SIC > giomer > AP SM SIC > K SIC.
7. Mikrotvrdoća K SIC-eva je rasla tijekom simuliranog umjetnog starenja i ovisi o vrsti materijala. Najveću vrijednost mikrotvrdoće K SIC-eva nakon četrnaest dana imali su KMQ i FIXF.
8. Polimerizacijski programi nisu imali značajan utjecaj na mikrotvrdoću SP SM SIC-eva. Ipak, SP SM SIC-evi su imali najveću mikrotvrdoću nakon primjene *visokog* polimerizacijskog programa. Uspoređujući mikrotvrdoće F2LC postignute *visokim* programom s vrijednostima dobivenim *postupnim* i *niskim* programima, razlike su bile veće nakon primjene *visokog* programa u svim vremenskim razmacima ali te razlike nisu bile značajne.
9. PFQ je imao značajno veću mikrotvrdoću nakon 14 dana i nakon polimerizacije *visokim* polimerizacijskim programom u odnosu na *niski* polimerizacijski program. U

svim drugim vremenskim intervalima i polimerizacijskim programima *visoki, postupni* i *niski* nije bila značajne razlike mikrotvrdoće PFQ-a.

10. Polimerizacijski program nije utjecao na razlike u mikrotvrdoći između SP SM SIC-eva (F2LC, PFQ), osim na mikrotvrdoće mjerene odmah nakon polimerizacije *visokim* programom.
11. Polimerizacijski program nije utjecao na mikrotvrdoću K SIC, FTP tijekom simuliranog umjetnog starenja.
12. Mikrotvrdoća B2 nakon četrnaest dana bila je statistički značajno veća nakon primjene *visokog* polimerizacijskog programa nego nakon *niskog* polimerizacijskog programa. Najveće su bile vrijednosti mikrotvrdoće B2 dobivene odmah nakon polimerizacije za sva tri polimerizacijska programa.
13. Svi ispitivani polimerizacijski programi mogu se učinkovito upotrebljavati u kliničkom radu. Vrsta materijala imala je veći učinak na mikrotvrdoću od samog polimerizacijskog programa.

## **7. LITERATURA**



1. Mount GJ. Buonocore Memorial Lecture. Glass-ionomer cements: past, present and future. *Oper Dent.* 1994;19: s82–90.
2. Attin T, Buchalla W, Kielbassa AM, Hellwig E. Curing shrinkage and volumetric changes of resin-modified glass ionomer restorative materials. *Dent Mater.* 1995;11:359–62.
3. Mitra SB. Adhesion to dentin and physical properties of a light-cured glass-ionomer liner/base. *J Dent Res.* 1991;(70):72–4.
4. Sidhu SK. Glass-ionomer cements restorative materials. A sticky subject? *Aust Dent J.* 2011 Jun;56(1 Suppl):23–30.
5. Prskalo K, Pandurić J, Šutalo J, Vukovojac S, Meniga A. Stakleno – ionomerni cementi. *Acta stomatol Croat.* 1990;24(3):197–208.
6. Francisconi LF, Scaffa PMC, Barros VR dos SP, Coutinho M, Francisconi PAS. Glass ionomer cements and their role in the restoration of non-carious cervical lesions. *J Appl Oral Sci.* 2009;17(5):364–9.
7. Ngo H, Opsahl-Vital S. Minimal intervention dentistry II: part 7. Minimal intervention in cariology: the role of glass-ionomer cements in the preservation of tooth structures against caries. *Br Dent J.* 2014 May;216(10):561–5.
8. Šutalo I i sur. *Patologija i terapija tvrdih zubnih tkiva.* Zagreb: Naklada Zadro, 1993.
9. Mount GJ. Clinical performance of glass-ionomers. *Biomater.* 1998;19:573–9.
10. Nicholson JW. Chemistry of glass-ionomer cements: a review. *Biomater.* 1998;19:485–94.
11. Crisp S, Wilson AD. Reactions in Glas Ionomer Cements: V. Effect of incorporating tartaric acid in the cement liquid. *J Dent Res.* 1976;55(6):1023–31.
12. Crisp S, Lewis BG, Wilson AD. Characterization of glass-ionomer cements 5. The effect of the tartaric acid concentration in the liquid component. *J Dent.* 1979;7(4):304–12.
13. Nicholson JW. Studies in the setting of polyelectrolyte cements. V: The effect of organic acids on zinc polycarboxylate cements. *J Mater Sci Mater Med.* 1996;7:241–4.
14. Guggenberger R, May R, Stefan K.P. New trends in glass-ionomer chemistry. *Biomater.* 1998;19:479–83.
15. Mount GJ. *An Atlas of glass-ionomer cements: A Clinician's Guide.* 3rd. Ed. Martin Dunitz, London, 2001.
16. Albers HF. *Glas ionomers in: Tooth-Colored Restoratives: Principles and Techniques.* BC Decker Inc. 9th edition; December 2001.

17. Pavelić B. Staklenoionomerni cementi – provjerite i nadopunite Vaše znanje. Sonda. 2004;10:39–42.
18. Selimović-Dragaš M, Jurić H. Stakleno-ionomerni cementi. 30. Dentist 2012;2:30–9.
19. Bonifacio CC, Kleverlaan CJ, Raggio DP, Werner A, de Carvalho RCR, van Amerongen WE. Physical-mechanical properties of glass ionomer cements indicated for atraumatic restorative treatment. Aust Dent J. 2009;54:233–7.
20. Davidson CL, Mjör IA. Chicago. Advances in glass-ionomer cements. Quintessence Publishing Co. Inc., Chicago 1999.
21. Yap AU, Pek YS, Cheang P. Physico-mechanical properties of a fast-set high viscous GIC restorative. J Oral Rehab. 2003;30:1–8.
22. Tjan AH, Morgan DL. Metal reinforced glass ionomers: their flexural and bond strengths to tooth substrate. J Prosthet Dent. 1988;59:137.
23. Beyls HMF, Verbeek RMH, Marten LC, Lemaitre L. Compressive strength of some polyalkenoates with or without dental amalgam alloy incorporation. Dental Mater. 1991;7:151.
24. Kerby RE, Bleirholder RF. Physical Properties of Stainless-steel and Silver-reinforced Glass-ionomer Cements. J Dent Res. 1991;70(10):1358–61.
25. Williams JA, Billington RW. Increase in compressive strength of glass ionomer cements with respect to time periods of 24 hours to four months. J Oral Rehab. 1991;18:163.
26. McLean JW, Nicolson JW, Wilson AD. Proposed nomenclature for glass-ionomer dental cements and related materials. Quintessence Int. 1994 Sep;25(9):587–9.
27. Sidhu SK, Watson TF. Resin-modified glass ionomer materials. A status report for the American Journal of Dentistry. Am J Dent. 1995 Feb;8(1):59–67.
28. Kanchanasita W, Anstice HM, Pearson GJ. Long-term surface micro-hardness of resin-modified glass ionomers. J Dent. 1998;26:707–12.
29. Nicholson JW, Anstice HM. The physical chemistry of resin modified glass ionomers. J Mater Sci Mater Med. 1994;5(3):119–22.
30. Berzins DW, Abey S, Costache MC, Wilkie CA, Roberts HW. Resin-modified glass-ionomer setting reaction competition. J Dent Res 2010 Jan;89(1):82–6.
31. Yelamanchili A, Darvell BW. Network competition in a resin-modified glass-ionomer cement. Dent Mater. 2008 Aug;24(8):1065–9.
32. Šutalo Z, Meniga A. Kompenzacija polimerizacijske kontrakcije kompozitnih ispuna. Acta stomatol Croat. 1994;28(1):41–6.

33. Tyas MJ, Burrow MF. Adhesive restorative materials: A review. *Aust Dent J*. 2004;49(3):112–21.
34. Swift EJ, Pawlus MA, Vargas MA, Fortin D. Depth of cure of resin-modified glass ionomers. *Dent Mater*. 1995;11:196–200.
35. Lohbauer U. Dental Glass Ionomer Cements as Permanent Filling Materials? - Properties, Limitations Future Trends. *Materials*. 2010;3(1):76–96.
36. Ferrari M, Davidson CL. Interdiffusion of traditional glass-ionomer cement into conditional dentin. *Am J Dent*. 1998;10:295–7.
37. McCabe JF. Resin-modified glass-ionomers. *Biomater*. 1998;19:521–7.
38. Jerolimov V, editor. *Osnove stomatoloških materijala* [monograph on the Internet]. Zagreb:Sveučilište u Zagrebu,Stomatološki fakultet;2005 [cited 2017 May 9]. Available from: [http://bib.sfzg.hr/file/user/ipelivan/Osnove\\_stomatoloških\\_materijala.pdf](http://bib.sfzg.hr/file/user/ipelivan/Osnove_stomatoloških_materijala.pdf).
39. Poggio C, Beltrami R, Scribante A, Colombo M, Lombardini M. Effects of dentin surface treatments on shear bond strength of glass-ionomer cements. *Ann Stomatol*. 2014;5(1):15–22.
40. Glasspoole EA, Erickson RL, Davidson CL. Effect of surface treatments on the bond strength of glass ionomers to enamel. *Dent Mater*. 2002; 18:454-62.
41. Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of glass ionomer (polyalkenoate) cements to dentine using four conditioners. *J Dent*. 2000;28:361-6.
42. Mazaheri R, Pischevar L, Shichani AV, Geravandi S. Effect of different cavity conditioners on microleakage of glass ionomer cement with a high viscosity in primary teeth. *Dent Res J*. 2015;12(4):334–41.
43. Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Curing contraction of composites and glass-ionomer cements. *J Prosthet Dent*. 1988;59(3):297–300.
44. Giomer, SHOFU. [homepage on the Internet];2017. [cited 2017 May 11]. Available from: <http://onlinedentalbook.blogspot.hr/2008/08/giomer.html>
45. Ikemura K, Tay FR, Endo T, Pashley DH. A review of chemical-approach and ultramorphological studies on the development of fluoride-releasing dental adhesives comprising new pre-reacted glass ionomer (PRG) fillers. *Dent Mater J*. 2008 May;27(3):315–39.
46. Giomer, SHOFU. [homepage on the Internet];2017 [cited 2017 May 11]. Available from: <http://www.giomer.com/professional/?opt1=concept>

47. Deliperi S, Bardwell DN, Wegley C, Congiu MD. In vitro evaluation of giomers microleakage after exposure to 33% hydrogen peroxide: Self-etch vs total-etch adhesives. *Oper Dent.* 2006;31(2):227–32.
48. Bryant RW, Mahler DB. Volumetric contraction in some tooth-coloured restorative materials. *Aust Dent J.* 2007;52(2):112–7.
49. Yamamoto T, Kubota Y, Momai Y, Ferracane JL. Polymerization stresses in low-shrinkage dental resin composites measured by crack analysis. *Dent Mater.* 2012;28:143–9.
50. Boaro LCC, Goncacles F, Guimaraes TC, Ferracane JL, Versluis A, Braga R. Polymerization stress, shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites. *Dent Mater.* 2010;26:1144–50.
51. Knezevic A, Demoli N, Tarle Z, Negovetic Mandic V. Utjecaj inteziteta svjetla za polimerizacijsko skupljanje kompozitnih materijala (III dio). *Acta Stomatol Croat.* 2005;39(4):453-9.
52. Uno S, Asmussen E. Marginal adaptation of a restorative resin polymerized at reduce rate. *Scand J Dent Res.* 1991;99:440–4.
53. Davidson CL, Feilzer AJ. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. *J Dent.* 1997;25(6):435–40.
54. Watts DC, Cash AJ. Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light-cured materials: Methods development. *Dent Mater.* 1991;7:281–7.
55. Grajower R, Guelmann M. Dimensional changes during setting of a glass ionomer filling material. *Quintessence Int.* 1989;20(7):505–11.
56. Watts DC, Kisumbi BK, Toworfe GK. Dimensional changes of resin/ionomer restoratives in aqueous and neutral media. *Dent Mater.* 2000;16:89–96.
57. McCabe JF, Rusby S. Water absorption, dimensional change and radial pressure in resin matrix dental restorative materials. *Biomater.* 2004;25:4001–7.
58. Khoroushi M, Karvandi TM, Kamali B, Mazaheri H. Marginal microleakage of resin-modified glass-ionomer and composite resin restorations: Effect of using etch-and-rinse and self-etch adhesives. *Indian J Dent Res.* 2012;23:378–83.
59. Knezevic A, Sariri K, Sovic I, Demoli N, Tarle Z. Shrinkage evaluation of composite polymerized with LED units using laser interferometry. *Quintessence Int.* 2010;41:417–25.

60. Huang C, Lee-hoi K, Wei SHY, Cheung GSP, Tay FR, Pashley DH. The Influence of Hygroscopic Expansion of Resin-based Restorative Materials on Artificial Gap Reduction. *J Adhes Dent.* 2002;4:61–71.
61. Versluis A, Tantbirojn D, Lee MS, Tu LS, DeLong R. Can hygroscopic expansion compensate polymerization shrinkage? Part I. Deformation of restored teeth. *Dent Mater.* 2011;27(2):126–33.
62. Ellakuria J, Triana R, TBD Minguéz N, Soler I, Ibaseta G, Maza J, Garcia-Godoy F. Effect of one-year water storage on the surface microhardness of resin-modified versus conventional glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2003;19:286–90.
63. Crisp S, Lewis BG, Wilson AD. Characterization of glass-ionomer cements 2. Effect of the powder : liquid ratio on the physical properties. *J Dent.* 1976;4(6):287–90.
64. Torabzadeh H, Ghasemi A, Shakeri S, Akbarzadeh Baghban A, Razmavar S. Effect of powder/liquid ratio of glass ionomer cement on flexural and shear bond strengths to dentin. *Braz J Oral Sci.* 2011;10(3):204–7.
65. Fleming GJP, Farooq AA, Barralet JE. Influence of powder/liquid mixing ratio on the performance of a restorative glass-ionomer dental cement. *Biomater.* 2003;24:4173–9.
66. Chandler H. Hardness testing. 2nd Ed. ASM international, Cleveland, 1999, str. 3-13.
67. Okada K, Tosaki S, Hirota K, Hume WR. Surface hardness change of restorative filling materials stored in saliva. *Dent Mater.* 2001;17:34–9.
68. Mohamed-Tahir MA, Tan HY, Woo AAS, Yap AUJ. Effects of pH on the microhardness of resin-based restorative materials. *Oper Dent.* 2005; 30(5):661–6.
69. [https://en.wikipedia.org/wiki/Vickers\\_hardness\\_test](https://en.wikipedia.org/wiki/Vickers_hardness_test)
70. [https://en.wikipedia.org/wiki/Brinell\\_scale](https://en.wikipedia.org/wiki/Brinell_scale)
71. [https://en.wikipedia.org/wiki/Rockwell\\_scale#Rockwell\\_hardness\\_tester\\_classifications\\_based\\_on\\_Rockwell\\_scales](https://en.wikipedia.org/wiki/Rockwell_scale#Rockwell_hardness_tester_classifications_based_on_Rockwell_scales)
72. [https://en.wikipedia.org/wiki/Knoop\\_hardness\\_test](https://en.wikipedia.org/wiki/Knoop_hardness_test)
73. Bala O, Arisu HD, Yikilgan I, Arslan S, Gullu A. Evaluation of surface roughness and hardness of different glass ionomer cements. *Eur J Dent.* 2012;6(1): 79–86.
74. Khoroushi M, Keshani F. A review of glass-ionomers: From conventional glass-ionomer to bioactive glass-ionomer. *Dent Res J.* 2013;10(4):411–20.
75. Ceballos L., Fuentes M. V., Tafalla H., Martinez A., Flores J., Rodrigues J. Curing effectiveness of resin composites at different times using LED and halogen units. *J Clin Exp Dent.* 2009; 1(1): e8–13.

76. Cefaly DF, de Mello LLCP, Wang L, Lauris JRP, D' Alpino PHP. Effect of light curing unit on resin-modified glass-ionomer cements: a microhardness assessment. *J Appl Oral Sci.* 2009;17(3):150–4.
77. Mobarak E, Elsayad I, Ibrahim M, El-Badrawy W. Effect of LED light-curing on the relative hardness of tooth-colored restorative materials. *Oper Dent.* 2009;34(1):65–71.
78. Alpöz RA, Ertuğrul F, Cogulu D, Ak AT, Tanoğlu M, Kaya E. Effect of light curing method and exposure time on mechanical properties of resin based dental materials. *Eur J Dent.* 2008 Jan;2:37–42.
79. Parisay I, Bahrololomi Z, Ghafournia M, Solaimani AA, Boruziniat A. The effects of Exposure Times and Light Curing Sources on Surface Micro-Hardness of a Resin Modified Glass Ionomer. *J Dent Mater Tech.* 2014;3(2):77–81.
80. Fuji IX EXTRA. GC Corporation, Tokyo, Japan. [cited 2017 June 1]. Available from: <https://www.gceurope.com/products/fuji9gp/>
81. Fuji IX FAST. GC Corporation, Tokyo, Japan. [cited 2017 June 3]. Available from: [http://www.gcamerica.com/downloads/SDS\\_US/SDS\\_GC%20Fuji%20IX%20GP%20FAST%20\(Powder\).pdf](http://www.gcamerica.com/downloads/SDS_US/SDS_GC%20Fuji%20IX%20GP%20FAST%20(Powder).pdf)
82. Ketac Molar, 3M ESPE [cited 2017 June 3]. Available from: <http://rvdalab.com/pdf/KetacMolarGlass.pdf>
83. Ketac Molar Quick, 3M ESPE [cited 2017 June 3]. Available from: <http://multimedia.3m.com/mws/media/2192240/ketac-molar-quick-product-dossier-in-english.pdf>
84. Fuji II LC capsules liquid SDS. GC Corporation, Tokyo, Japan. [cited 2018 July 3]. Available from: <http://www.gcaustralasia.com/Upload/product/pdf/4/MSDS-GC-Fuji-II-LC-CAPSULE-AU.pdf>
85. Photac Fil Quick Aplicap capsules MSDS. 3M ESPE, Seefeld, Germany. [cited November 2017 3]. Available from: [https://multimedia.3m.com/mws/media/webserver?mwsId=SSSSSuUn\\_zu8100x482v5xtG5v70k17zHvu9lxtD7SSSSSS--](https://multimedia.3m.com/mws/media/webserver?mwsId=SSSSSuUn_zu8100x482v5xtG5v70k17zHvu9lxtD7SSSSSS--)
86. Fuji TRIAGE PINK. GC Corporation, Tokyo, Japan. [cited November 2017 3]. Available from: [http://www.gcamerica.com/downloads/SDS\\_US/SDS\\_GC%20Fuji%20TRIAGE%20CAPSULE%20\(Powder\).pdf](http://www.gcamerica.com/downloads/SDS_US/SDS_GC%20Fuji%20TRIAGE%20CAPSULE%20(Powder).pdf)
87. Fuji TRIAGE PINK. GC Corporation, Tokyo, Japan. [cited November 2017 3]. Available from: [http://www.gcamerica.com/downloads/SDS\\_US/SDS\\_GC%20Fuji%20TRIAGE%20CAPSULE%20\(Liquid\).pdf](http://www.gcamerica.com/downloads/SDS_US/SDS_GC%20Fuji%20TRIAGE%20CAPSULE%20(Liquid).pdf)

88. Fuji VIII capsules MSDS. GC Corporation, Tokyo, Japan. [cited November 2017 4]. Available from: [http://cdn.gceurope.com/v1/PID/fuji8gp/sds/SDS\\_FUJI\\_VIII\\_GP\\_Capsules\\_HR.pdf](http://cdn.gceurope.com/v1/PID/fuji8gp/sds/SDS_FUJI_VIII_GP_Capsules_HR.pdf)
89. Fuji Plus capsules MSDS. GC Corporation, Tokyo, Japan. [cited 2018 June 23]. Available from: [https://cdn.gceurope.com/v1/PID/fujiplus/sds/SDS\\_Fuji\\_plus\\_Capsule\\_HR.pdf](https://cdn.gceurope.com/v1/PID/fujiplus/sds/SDS_Fuji_plus_Capsule_HR.pdf)
90. Demoli N, Knezevic A, Tarle Z, Meniga A, Sutalo J, Pichler G. Digital interferometry for measuring of the resin composite thickness variation during blue light polymerization. *Opt. Commun.* 2004;231:45-51.
91. Sever I, Klaric E, Tarle Z. Accounting for measurement reliability to improve the quality of inference in dental microhardness research: a worked example. *Clin Oral Invest.* 2016 Jul;20(6):1143-9
92. Gladys S, Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative physico-mechanical characterization of new hybrid restorative materials with conventional glass-ionomer and resin composite restorative materials. *J Dent Res.* 1997;76(4):883–94.
93. Masih S, Thomas AM, Koshy G, Joshi J L. Comparative evaluation of the microleakage of two modified glass ionomer cements on primary molars. An in vivo study. *J Indian Soc Pedod Prev Dent.* 2011;29(2):135–9.
94. Kim Y, Hirano S, Hirasawa T. Physical properties of resin-modified glass-ionomers *Dent Mater J.* 1998;17(1):68–76.
95. Emamieh S, Ghasemi A, Torabzadeh H. Hygroscopic expansion of aesthetic restorative materials: One-year report. *J of Dent.* 2011;8(1):25–32.
96. Fogleman EA, Kelly MT, Grubbs WT. Laser interferometric method for measuring linear polymerization shrinkage in light cured dental restoratives. *Dent Mater.* 2002;18(4):324-30.
97. Goldman M. Polymerization shrinkage of resin-based restorative materials. *Aust Dent J.* 1982; 28:156–61.
98. Feilzer AJ, Kakaboura AI, De Gee AJ, Davidson CL. The influence of water sorption on the development of setting shrinkage stress in traditional and resin-modified glass ionomer cements. *Dent Mater* 1995;11:186–90.
99. Lai JH, Johnson AE. Measuring polymerization shrinkage of photo-activated restorative materials by a water-filled dilatometer. *Dent Mater.* 1993;9:139–43.

100. Chutinan S, Platt JA, Cochran MA, Keith Moore B. Volumetric dimensional change of six direct core materials. *Dent Mater.* 2004;20:345–51.
101. Davidson CL: Advances in glass-ionomer cements. *J Appl Oral Sci.* 2006; p.14
102. Danesh G, Davids H, Reinhardt KJ, Ott K, Schafer E. Polymerisation characteristics of resin composites polymerized with different curing units. *J Dent.* 2004;32:479–88.
103. Lim BS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Condon JR. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light-activation. *Dent Mater.* 2002; 18(6):436–44.
104. Garoushi S, Vallittu P, Lassila L. Characterization of fluoride releasing restorative dental materials. *Dent Mater J.* 2018; 37(2):293–300.
105. Gerdolle DA, Mortier E, Droz D. Microleakage and polymerization shrinkage of various polymer restorative materials. *J Dent Child.* 2008;75:125–33.
106. Suiter EA, Watson LE, Tantbirojn D, Lou JSB, Versluis A. Effective expansion: Balance between shrinkage and hygroscopic expansion. *J of Dent Res.* 2016; 95(5):543–9.
107. Cattani-Lorentea MA, Dupuisb V, Payanc J, Moyac F, Meyer JM. Effect of water on the physical properties of resin-modified glass ionomer cements. *Dent Mater.* 1999;15:71–8.
108. Zaazou MH, Nagi SM. Effect of light curing on micro-hardness of resin-modified versus conventional glassionomer restoration as a function of depth and time. *J Appl Sci Res.* 2013; 9(8):5277–82.
109. De Moor RJG, Verbeeck RMH. Changes in surface hardness of conventional restorative glass ionomer cements. *Biomater.* 1998;19:2269–75.
110. Mount GJ, Patel C, Makinson OF. Resin modified glass-ionomers: Strength, cure depth and translucency. *Aust Dent J.* 2002;47(4):339–43.
111. Xie D, Brantley WA, Culbertson BM, Wang G. Mechanical properties and microstructures of glass-ionomer cements. *Dent Mater.* 2000;16:129–38.
112. Arita K, Yamamoto A, Shinonaga Y, Harada K, Abe Y, Nakagawa K, Sugiyama S. Hydroxyapatite particle characteristics influence the enhancement of the mechanical and chemical properties of conventional restorative glass ionomer cement. *Dent Mater.* 2011;30(5):672–83.
113. Loudon JA. Next generational fuji IX-a proposed universal dental material—but not yet ‘set in cement‘. *Oral biol and dent.*[Internet];2014 [cited 2017 June 6];2:(5):[about 11 p]. Available from: <http://www.hoajonline.com/journals/pdf/2053-5775-2-5.pdf>



114. Cefaly DFG, Wang L, de Mello LLCP, dos Santos JL, dos Santos JR, Lauris JRP. Water sorption of resin-modified glass-ionomer cements photoactivated with LED. *Braz Oral Res.* 2006;20(4):342–6.
115. Yap AUJ, Wang X, Wu X, Meng Chung S. Comparative hardness and modulus of tooth-colored restoratives: A depth-sensing microindentation study. *Biomater.* 2004;25:2179–85.
116. Nicholson JW, Czarnecka B. The biocompatibility of resin-modified glass-ionomer cements for dentistry. *Dent Mater.* 2008;24(12):1702–8.
117. Palmer G, Anstice HM, Pearson GJ. The effect of curing regime on the release of hydroxyethyl methacrylate (HEMA) from resin-modified glass-ionomer cements. *J Dent.* 1999;27(4):303–11.
118. La Torre G, Marigo L, Pascarella GA, Rumi G. Light-emitting diodes (LED) technology applied to the photopolymerization of resin composites. *Minerva Stomatol.* 2003;52(5):193–200.
119. Yap AU, Soh MS. Curing efficacy of a new generation high-power LED lamp. *Oper Dent.* 2005;30(6):758–63.
120. Rueggeberg FA. State-of-the-art: Dental photocuring – A review. *Dent Mater.* 2011;27(1):39–52.
121. Yap AUJ. Post-irradiation hardness of resin-modified glass ionomer cements and a polyacid-modified composite resin. *J Mater Sci Mater Med.* 1997;8(7):413–6.
122. Fuji II LC Improved, GC America. [Internet];2017 [cited 2017 June 17]. Available from:[http://www.gcamerica.com/downloads/SDSUS/SDSGC%20Fuji%20II%20LC&CAPSULE%20\(Improved-Liquid\).pdf](http://www.gcamerica.com/downloads/SDSUS/SDSGC%20Fuji%20II%20LC&CAPSULE%20(Improved-Liquid).pdf)
123. Photac Fil Quick Aplicap, 3M ESPE. [Internet];2017 [cited 2017 June 17]. Available from:<https://media.dentalcompare.com/m/25/Downloads/Photac%20Fill%20Quick%20Alicap%20MSDS.pdf>
124. Soh MS, Yap AU. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent.* 2004;32:321–6.
125. da Silva EM, Poskus LT, Guimarães JGA. Influence of light-polymerization modes on the degree of conversion and mechanical properties of resin composites: A comparative analysis between a hybrid and a nanofilled composite. *Oper Dent.* 2008;33(3):287–93.
126. Harlow JE, Sullivan B, Shortall AC, Labrie D, Price RB. Characterizing the output settings of dental curing lights. *J Dent.* 2016;44:20–6.

127. Roberts HW, Berzins DW. Early Reaction Kinetics of Contemporary Glass-Ionomer Restorative Materials. *J Adhes Dent.* 2015;17(1):67–75.
128. Young AM. FTIR investigation of polymerization and polyacid neutralization kinetics in resin-modified glass-ionomer dental cements. *Biomater.* 2002 Aug;23(15):3289–95.
129. Kakaboura A, Eliades G, Palaghias G. An FTIR study on the setting mechanism of resin-modified glass ionomer restoratives. *Dent Mater.* 1996 May;12(3):173–8.
130. Magni E, Ferrari M, Hickel R, Ilie N. Evaluation of the mechanical properties of dental adhesives and glass-ionomer cements. *Clin Oral Investig.* 2010;14(1):79–87.

## **8. ŽIVOTOPIS AUTORA S POPISOM OBJAVLJENIH RADOVA**

**Jelena Spajić** rođena je 26. ožujka 1981. godine u Imotskom. Osnovnu školu i gimnaziju „dr. Mate Ujević“ završila je u Imotskom. Stomatološki fakultet Sveučilišta u Zagrebu upisala se 1999. Godine, a diplomirala 17. lipnja 2005. godine temom „Samojetkajući caklinsko-dentinski adhezijski sustavi“. Pripravnički staž odradila je u Stomatološkoj poliklinici Zagreb. Stručni ispit položila je 12. listopada 2006. godine. Članica je Hrvatske komore dentalne medicine. Sudjelovala je na mnogim domaćim i međunarodnim stručnim skupovima te je autor i koautor nekoliko znanstvenih i stručnih radova.

## **Popis radova**

### **Znanstveni radovi u časopisima:**

**Spajić J**, Prskalo K, Par M, Pandurić V, Demoli N. Dimensional changes of glass ionomer and giomer during the setting time. *Acta Stomatol Croat* 2018 (DOI: 10.15644/asc52/4/3).

**Spajić J**, Par M, Milat O, Demoli N, Bjelovučić R, Prskalo K. Effects of curing modes on the microhardness of resin-modified glass ionomer cements. *Acta Stomatol Croat* 2018 (In press).

Par M, Repušić I, Skenderović H, Milat O, **Spajić J**, Tarle Z. Extended curing time – radiant energy, microhardness and temperature rise in conventional and bulk-fill composites. *Clinical Oral Investigations* 2018 (In press).

Diklić D, Klarić Sever E, Galić N, **Spajić J**, Prskalo K. Stajalište studenata različitih fakulteta Sveučilišta u Zagrebu prema postupku izbjeljivanja zuba. *Acta Stomatol Croat.* 2016;50(4):301-9.

### **Sažeci radova s međunarodnih skupova:**

Prskalo K, **Spajić J**, Šariri K, Demoli N, Janković B, Klarić E, Tarle Z. Laser Interferometry Measuring of Glass Ionomer Dimensional Changes. *J Dent Res.* 2012;91(Spec Iss C):Abstract number: 430.

**Spajić J**, Prskalo K, Šariri K, Demoli N, Milat O, Tarle Z. Effect of Polymerization Programs on the Microhardness of Resin-modified Glass Ionomer Cements. *J Dent Res.* 2014;93(C): Abstract number: 396.

**Spajić J**, Šariri K, Demoli N, Par M, Prskalo K. Linear dimensional changes evaluation of resin-modified glass ionomer cements and giomer using digital laser interferometry. *Acta Stomatol Croat.* 2018;52(2):162-171.