



UNIVERZITET U NOVOM SADU

MEDICINSKI FAKULTET



**UTICAJ SVETLOSNIH VODIČA NA
SVOJSTVA POLIMERIZACIONE REAKCIJE
DENTALNIH KOMPOZITNIH MATERIJALA**

DOKTORSKA DISERTACIJA

Mentori:

Dr sci. med. Tijana Lainović

Dr Svetlana Savić-Šević

Kandidat:

Dr. stom. Evgenije Novta

Novi Sad, 2023. godine

КЉУЧНА ДОКУМЕНТАЦИЈСКА ИНФОРМАЦИЈА¹

Врста рада:	Докторска дисертација
Име и презиме аутора:	Евгеније Новта
Ментори (титула, име, презиме, звање, институција)	Др сци. мед. Тијана Лаиновић, Научни сарадник, Асистент са докторатом, Универзитет у Новом Саду, Медицински факултет, Катедра за денталну медицину Др Светлана Савић-Шевић, Виши научни сарадник, Универзитет у Београду, Институт за физику Београд
Наслов рада:	Утицај светлосних водича на својства полимерizacione реакције денталних композитних материјала
Језик публикације (писмо):	Српски (латинично писмо)
Физички опис рада:	Унети број: Страница: 91 Поглавља: 7 Референци: 207 Табела: 9 Слика: 15 Графикона: 9 Прилога: /
Научна област:	Дентална медицина
Ужа научна област (научна дисциплина):	Болести зуба и ендодонција, конзервативна стоматологија
Кључне речи / предметна одредница:	композитни материјали; полимеризација; дентални светлосни уређаји; оптичка влакна; холографија; интерферометрија; термографија; температура; Раманова спектроскопија; дентални материјали; испитивање материјала; не MeSH: полимерizacionи контракциони напон
Резиме на језику рада:	Увод: Основни недостатак денталних композита – запреминско скупљање при полимеризацији, у клиничкој ситуацији проузрокује стварање напона на споју рестаурација-зуб (тзв. полимерizacionи контракциони напон – ПКН) који може компромитовати дуготрајност рестаурације. Како би се редуковао ПКН, до сада су предложене измене у хемијској структури композита, техници уношења материјала у кавитет и протокола фото-активације. Модификацијом састава створена је нова генерација композита – <i>bulk-fill</i> (енг.), са циљем да се скрати време рада и истовремено смањи ПКН. Основни предмет истраживања докторске дисертације био је развој новог протокола фото-активације <i>bulk-fill</i> композита посредством флексибилних оптичких влакана као светлосних

¹ Аутор докторске дисертације потписао је и приложио следеће Обрасце:

5б – Изјава о ауторству;

5в – Изјава о истоветности штапане и електронске верзије и о личним подацима;

5г – Изјава о коришћењу.

Ове Изјаве се чувају на факултету у штапаном и електронском облику и не кориче се са тезом.

	<p>водича утиснутих у средиште композитне рестаурације, ради редукације ПКН и директног довођења светлости у дубље слојеве испуна.</p> <p>Метод: Истраживање је спроведено применом модела зуба са мезио-оклузо-дисталним кавитетом, као калупом за три одабрана <i>bulk-fill</i> композита: једним из групе гиомера и два нано-хибридна. Експеримент је обухватио употребу два типа светлосних водича: конвенционалног (круте стаклене сонде као саставног дела LED уређаја за полимеризацију) и експерименталног (оптичка влакна од полиметил-метакрилата пречника 1mm или 1.5 mm, повезаних са конвенционалним светлосним водичем). Тиме су дефинисана два протокола фото-активације: конвенционални (са стандардним светлосним водичем постављеним 1 mm изнад испуна) и експериментални у два корака – у првом кораку посредством два оптичка влакна утиснута у испун; у другом кораку влакна су уклоњена из испуна, заостали празни простори су попуњени композитом, а затим је активиран један завршни конвенционални циклус фото-активације. Узорци су подељени у три групе: контролну (конвенционални протокол фото-активације) и две експерименталне (OB1 – применом оптичких влакана $\phi 1\text{mm}$ и OB1.5 – применом оптичких влакана $\phi 1.5\text{ mm}$). Спроведена су следећа недеструктивна мерења: деформације модела зуба (као секундарне манифестације ПКН), у реалном времену дигиталном холографском интерферометријом; промене температуре композита при полимеризацији, у реалном времену инфрацрвеном термографијом; степена конверзије композита у две временске тачке (непосредно након фото-активације и након 24 h), Рамановом спектроскопијом.</p> <p>Резултати: Учинак који је остварио експериментални протокол фото-активације у погледу смањења деформације модела у односу на конвенционални, кретао се од 15-35 % ниже деформације. Забележена редукација објашњена је: успоравањем реакције, што је индиректно доказано резултатима деформације и температуре у реалном времену; мањом променом укупне температуре композита (18-54 %); и нижим степеном конверзије непосредно након фото-активације (једино у случају када је композиту предата мања густина енергије у односу на контролну групу или услед убрзања реакције предајом високе ирадијансе светлости у првом кораку фото-активације). Код других композита није било разлике у конверзији или су резултати били виши у поређењу са контролном групом. Након 24 h, резултати конверзије нису показали значајну разлику између експерименталних група и контролне. Ниже вредности конверзије забележене су код истих композита као и при непосредном мерењу (уз један изузетак), док више вредности нису забележене у односу на контролну групу.</p> <p>Закључак: Повезивањем оптичких влакана преко универзалног пластичног наставка са светлосним водичем било ког LED уређаја, омогућена је једноставна имплементација предложеног протокола фото-активације у свакодневну клиничку праксу. Предност је могуће дати примени влакана $\phi 1.5\text{ mm}$, с обзиром на краћу захтевану експозицију и једноставније попуњавање већих празних простора након извлачења OB из композитног испуна. За адекватну примену протокола неопходно је познавање ирадијансе на излазу из одабраних светлосних водича.</p>
Датум прихватања теме од стране надлежног већа:	11.02.2022.
Датум одбране: (Попуњава одговарајућа служба)	

Чланови комисије: (титула, име, презиме, звање, институција)	Председник: Члан: Члан: Члан:
Напомена:	

KEY WORD DOCUMENTATION²

Document type:	Doctoral dissertation
Author:	Evgenije Novta
Supervisor (title, first name, last name, position, institution)	Dr sci. med. Tijana Lainović, Research Associate, PhD Teaching Assistant University of Novi Sad, Faculty of Medicine, School of Dental medicine Dr Svetlana Savić-Šević, Senior Research Associate, University of Belgrade, Institute of Physics Belgrade
Thesis title:	Influence of light guides on the polymerization reaction properties of dental composite materials
Language of text (script):	Serbian language (latin script)
Physical description:	Number of: Pages: 91 Chapters: 7 References: 207 Tables: 9 Illustrations: 15 Graphs: 9 Appendices: /
Scientific field:	Dental medicine
Scientific subfield (scientific discipline):	Tooth diseases and endodontics, conservative dentistry
Subject, Key words:	Composite Resins; Polymerization; Curing Lights, Dental; Optical Fibers; Holography; Interferometry; Thermography; Temperature; Spectrum Analysis, Raman; Dental Materials; Materials Testing; Non-MeSH: Polymerization shrinkage stress
Abstract in English language:	Introduction: The main drawback of dental composites - volumetric shrinkage during polymerization, in clinical situations causes stress development at the tooth-restoration interface (so-called polymerization shrinkage stress - PSS) that can compromise restoration longevity. To date, in order to reduce PSS, modifications were proposed in composite chemical structure, insertion technique into the tooth cavity, and photo-activation protocol. By modifying material composition, a new generation of composites was created - bulk-fill, to shorten the working time and reduce PSS. The doctoral dissertation aimed to introduce a novel photo-activation protocol of bulk-fill composites using flexible optical fibers as light guides inserted into the center of the composite restoration, to reduce PSS and directly guide light into deeper layers of the filling. Methods: The research was conducted using a tooth model with a mesial-occlusal-distal cavity, as a mold for the three selected bulk-fill composites: one

² The author of doctoral dissertation has signed the following Statements:

5b – Statement on the authority,

5b – Statement that the printed and e-version of doctoral dissertation are identical and about personal data,

5r – Statement on copyright licenses.

The paper and e-versions of Statements are held at the faculty and are not included into the printed thesis.

	<p>giomer and two nano-hybrid. The experiment included the use of two light guide types: conventional (rigid glass probe as an integral part of the LED curing unit) and experimental (plastic optical fibers 1 mm or 1.5 mm diameter, connected with the conventional light guide). Thus, two photo-activation protocols were defined: conventional (with the standard light guide placed 1 mm above the filling) and two-step experimental - in the first step using two fibers inserted into the filling; in the second step, the fibers were removed from the filling, the remaining voids were filled with composite, and one final conventional curing cycle was activated. Therefore, the samples were divided into three groups: control (conventional photo-activation protocol) and two experimental (OF1 - using ϕ1 mm optical fibers, and OF1.5 - using ϕ1.5 mm optical fibers). The following non-destructive measurements were carried out: tooth model deformation (as a secondary manifestation of PSS), in real-time by digital holographic interferometry; composite temperature change during polymerization, in real-time by infrared thermography; composite degree of conversion at two time points (immediately after photo-activation and after 24h), by Raman spectroscopy.</p> <p>Results: The impact of the experimental photo-activation protocol in reducing model deformation compared to the conventional one, ranged from 15-35 % lower deformation. The registered reduction was explained by: a lower polymerization rate (indirectly presented by real-time deformation and temperature measurements); lower composite temperature change (18-54 %); and lower degree of conversion immediately after photo-activation (only when the composite received lower radiant exposure compared to the control group or due to reaction acceleration caused by higher irradiance in the first step of photo-activation). For the other examined composites, there was no difference in conversion or higher results were registered compared to the control group. After 24 h, the degree of conversion results showed no significant difference between the experimental and the control groups. Lower conversion values were recorded for the same composites as when immediately measured (with one exception), while higher values were not presented in comparison with the control group.</p> <p>Conclusion: By coupling the optical fibers via the universal plastic connector with the light guide of any LED curing unit, it is feasible to implement the proposed photo-activation protocol into everyday clinical practice. Meanwhile, the application of ϕ 1.5 mm fibers may be preferable, considering that shorter exposure time is required and due to easier filling of the larger voids after fiber extraction from the composite filling. For optimal protocol implementation, it is necessary to know the tip irradiance of the selected light guides.</p>
Accepted on Scientific Board on:	11.02.2022.
Defended: (Filled by the faculty service)	
Thesis Defend Board: (title, first name, last name, position, institution)	President: Member: Member: Member:
Note:	

Zahvalnica

Svojim mentorkama, naučnom saradniku dr sci. med. Tijani Lainović (Medicinski fakultet Univerziteta u Novom Sadu) i višem naučnom saradniku dr Svetlani Savić-Šević (Institut za fiziku Univerziteta u Beogradu), dugujem veliku zahvalnost na svesrdnoj i bezrezervnoj podršci kroz sve faze doktorskih studija, koje su ulažući svoje znanje, vreme i energiju značajno doprinele mom profesionalnom, a time i ljudskom razvoju.

Prof. dr sci. med Larisi Blažić (Medicinski fakultet Univerziteta u Novom Sadu) neizmerno sam zahvalan na ukazanom poverenju kada me je uvela u svet nauke otvorivši mi brojna vrata i uz velikodušno deljenje znanja i iskustva podržavala sve aktivnosti. Veliko hvala i naučnom savetniku dr Dejanu Panteliću (Institut za fiziku Univerziteta u Beogradu) koji je kontinuirano pratio i usmeravao razvoj ove doktorske disertacije, pruživši mi priliku da istinski napredujem na svim poljima uz njega.

Takođe sam zahvalan i akademiku Branislavu Jelenkoviću na pruženoj podršci da se bavim istraživačkim radom i obezbeđenim uslovima za sprovođenje eksperimenta u Institutu za fiziku u Beogradu.

Prof. dr sci. med. Danimiru Jevremoviću (Stomatološki fakultet Pančevo Univerziteta Privredna akademija u Novom Sadu), kao menadžeru kompanije Ivoclar Vivadent AG, dugujem veliku zahvalnost na bezrezervnoj podršci nabavkom eksperimentalnog materijala. Jednako značajnu podršku u više navrata pružili su i distributeri Shofu dentalnih proizvoda za Srbiju – Mikodental depo iz Šapca.

Zahvaljujem se i dr sci. med. Tatjani Maravić (DIBINEM Univerziteta u Bolonji, Italija) koja je nabavkom materijala u ključnom trenutku omogućila da se eksperiment nastavi.

Veoma sam zahvalan i prof. dr Ognjanu Lužaninu (Fakultet tehničkih nauka Univerziteta u Novom Sadu), koji je sproveo statističku obradu podataka uz maksimalnu posvećenost i stručnost, pružajući pritom nesebične i prijateljske savete.

Zahvaljujem se i prof. dr sci. med. Ivanu Šarčevu (Medicinski fakultet Univerziteta u Novom Sadu), na dosadašnjoj uspešnoj saradnji i odgovornom prikupljanju uzoraka zuba bez kojih ne bi bilo moguće započeti eksperiment.

Iskrenu zahvalnost dugujem i svojim najbližima na neiscrpnoj podršci, razumevanju i strpljenju, čineći uvek moju sigurnu luku.

Sadržaj

1. UVOD.....	1
1.1. Biofizika dentalnih kompozita – opis predmeta istraživanja.....	1
1.2. Pregled naučnih istraživanja u oblasti polimerizacije dentalnih kompozita.....	2
1.2.1. Sastav dentalnih kompozitnih materijala	2
1.2.2. Klasifikacija savremenih dentalnih kompozita	6
1.2.3. Bulk-fill dentalni kompoziti	10
1.2.4. Svetlosno indukovana reakcija polimerizacije.....	11
1.2.4.1. Polimerizacioni kontrakcioni napon.....	13
1.2.4.2. Temperaturne promene u materijalu pri polimerizaciji.....	21
1.2.4.3. Stepen konverzije monomera u polimer	25
1.2.5. Svetlosni uređaji za polimerizaciju i svetlosni vodiči	31
1.2.5.1. Razvoj dentalnih svetlosnih uređaja	31
1.2.5.2. Svetlosni vodiči u dentalnoj medicini	33
2. CILJEVI I HIPOTEZE	36
2.1. Ciljevi.....	36
2.2. Nulte hipoteze	36
3. MATERIJAL I METODE.....	37
3.1. Materijali.....	37
3.1.1. Modeli zuba.....	37
3.1.2. Bulk-fill kompozitni materijali.....	39
3.1.3. Svetlosni vodiči	40
3.1.4. Protokoli foto-aktivacije.....	42
3.1.5. Grupe uzoraka	43
3.2. Metode	44
3.2.1. Merenje deformacije modela zuba usled kontrakcionih napona digitalnom holografskom interferometrijom.....	44
3.2.2. Merenje temperaturnih promena bulk-fill kompozita infracrvenom termografijom	46
3.2.3. Merenje stepena konverzije bulk-fill kompozita Ramanovom spektroskopijom.....	47
3.2.4. Statistička analiza.....	47
4. REZULTATI	48
4.1. Rezultati istraživanja deformacije modela zuba	48
4.2. Rezultati promene temperature bulk-fill kompozita pri polimerizaciji	50

4.2.1.	Ukupni temperaturni porast (ΔT_t).....	50
4.2.2.	Egzotermni temperaturni porast ($\Delta T_e = \Delta T_t - \Delta T_i$).....	52
4.3.	Rezultati stepena konverzije bulk-fill kompozita	55
4.3.1.	Rezultati stepena konverzije neposredno nakon foto-aktivacije	55
4.3.2.	Rezultati stepena konverzije 24h nakon foto-aktivacije	57
5.	DISKUSIJA	59
5.1.	Diskusija rezultata.....	59
5.2.	Diskusija primenjenih metoda	67
5.3.	Mogućnosti daljih istraživanja.....	70
6.	ZAKLJUČAK.....	72
7.	LITERATURA	73

Lista skraćenica:

BBR – Beautifil-Bulk Restorative, giomerni *bulk-fill* dentalni kompozit

BisGMA – Bisfenol-A-glicidil metakrilat

BisEMA – Etoksilovan bisfenol-A-dimetakrilat

CQ – Kamforhinon (*eng. camphorquinone*)

DHI – Digitalna holografska interferometrija

FBP – Filtek™ Bulk-fill Posterior, nanohibridni *bulk-fill* dentalni kompozit

FTIR – Furijeova spektroskopija (*eng. Fourier transform infrared spectroscopy*)

ICT – Infracrvena termografija

Kontrola – Kontrolna grupa u kojoj je sprovedena standardna foto-aktivacija *bulk-fill* kompozita posredstvom konvencionalnog svetlosnog vodiča

LED – Svetlosno-emitujuća dioda (*eng. light emitting diode*)

MOD – Mezio-okluzo-distalni kavitet

OV1 – Eksperimentalna grupa u kojoj je foto-aktivacija *bulk-fill* kompozita u prvom koraku sprovedena posredstvom optičkih vlakana dijametra $\phi 1$ mm

OV1.5 – Eksperimentalna grupa u kojoj je foto-aktivacija *bulk-fill* kompozita u prvom koraku sprovedena posredstvom optičkih vlakana dijametra $\phi 1.5$ mm

PKN – Polimerizacioni kontrakcioni napon

SK – Stepen konverzije monomera u polimer

TEGDMA – Trieten-glikol dimetakrilat

TPF 10s – Teric® PowerFill, nanohibridni *bulk-fill* dentalni kompozit; foto-aktivacija primenom svetlosti iradijansa 1000 mW/cm^2 i ekspozicijom 10 s

TPF 3s – Teric® PowerFill nanohibridni *bulk-fill* dentalni kompozit; foto-aktivacija primenom svetlosti iradijansa 3000 mW/cm^2 i ekspozicijom 3 s

UDMA – Uretan dimetakrilat

ΔT_t – Ukupni temperaturni porast

ΔT_e – Temperaturni porast usled egzotermne hemijske reakcije polimerizacije

ΔT_i – Temperaturni porast usled apsorpcije zračenja samog svetlosnog izvora

1. UVOD

1.1. Biofizika dentalnih kompozita – opis predmeta istraživanja

Zahvaljujući mehaničkim i estetskim svojstvima najsličnijim zubnom tkivu, kompozitni materijali predstavljaju prvi izbor za direktne restauracije u savremenoj konzervativnoj stomatologiji. Međutim, s obzirom da su u pitanju materijali na monomernoj (smolastoj) osnovi, tek svetlosno-indukovanom reakcijom polimerizacije oni dostižu svoja optimalna svojstva, što istovremeno rezultira i njihovim osnovnim nedostatkom – zapreminskim skupljanjem (tzv. polimerizacionom kontrakcijom).

U kliničkoj situaciji kada se materijal nalazi unutar zubnog kaviteta sa kojim ostvaruje adhezivnu vezu, polimerizaciona kontrakcija prouzrokuje stvaranje napona na spoju restauracija-zub, poznatog pod nazivom „kontrakcioni napon“ (*eng. polymerization shrinkage stress*). Zavisno od jačine adhezivne veze, pojava ovakvog napona može prouzrokovati naprezanje kvržica zuba ili stvaranje mikropukotine na spoju restauracija-zub uz marginalno prebojavanje, post-operativnu osetljivost ili razvoj sekundarnog karijesa. Stoga je pronalaženje načina za smanjenje polimerizacione kontrakcije, jedan od ključnih istraživačkih zadataka u oblasti dentalnih kompozitnih materijala.

Brojne strategije su predložene tim povodom, poput izmene u hemijskoj strukturi materijala, tehnike postavke materijala u kavitet, kao i protokola foto-aktivacije. Modifikacijom sastava materijala stvorena je nova generacija kompozitnih materijala pod nazivom *bulk-fill* (*eng.*), prevashodno sa ciljem da se skрати vreme rada (mogućnošću da se materijal aplikuje u jednom sloju 4-5 mm debljine) i istovremeno smanji polimerizaciona kontrakcija. Međutim, stepen konverzije monomera u polimer (*eng. degree of conversion*), koji je direktno povezan sa mehaničkim svojstvima i biokompatibilnošću materijala, kod *bulk-fill* kompozita može biti kompromitovan.

Drugi pristup smanjenju polimerizacione kontrakcije je promena tehnike aplikacije materijala u kavitet, poput unošenja materijala u slojevima, uz utiskivanje dentalnog instrumenta u središte ispuna tokom foto-aktivacije radi redukovanja naprezanja. Osim toga, primena modifikovanih protokola foto-aktivacije poput pulsno-odloženog (*eng. pulse-delay*) ili tzv. „soft-start“ (*eng.*), se takođe pokazala učinkovitom u cilju smanjenja zapreminskog skupljanja.

S druge strane, nedavno je u naučnoj zajednici predstavljena ideja o foto-aktivaciji kompozitnog ispuna „iznutra“ kao potencijalnom načinu za prevazilaženje ovog ključnog nedostatka dentalnih kompozita [1]. Shodno tome, primenom svetlosnih vodiča poput fleksibilnih optičkih vlakana plasiranih u središte kompozitne restauracije, moglo bi se ići u pravcu realizacije ove ideje, kombinujući pritom nekoliko strategija za smanjenje kontrakcionih napona.

Dakle, osnovni predmet istraživanja doktorske disertacije bio je razvoj novog protokola foto-aktivacije *bulk-fill* dentalnih kompozita posredstvom fleksibilnih optičkih vlakana kao svetlosnih vodiča utisnutih u središte kompozitne restauracije, radi redukcije kontrakcionih napona pri polimerizaciji i direktnog dovođenja svetlosti u dublje slojeve ispuna.

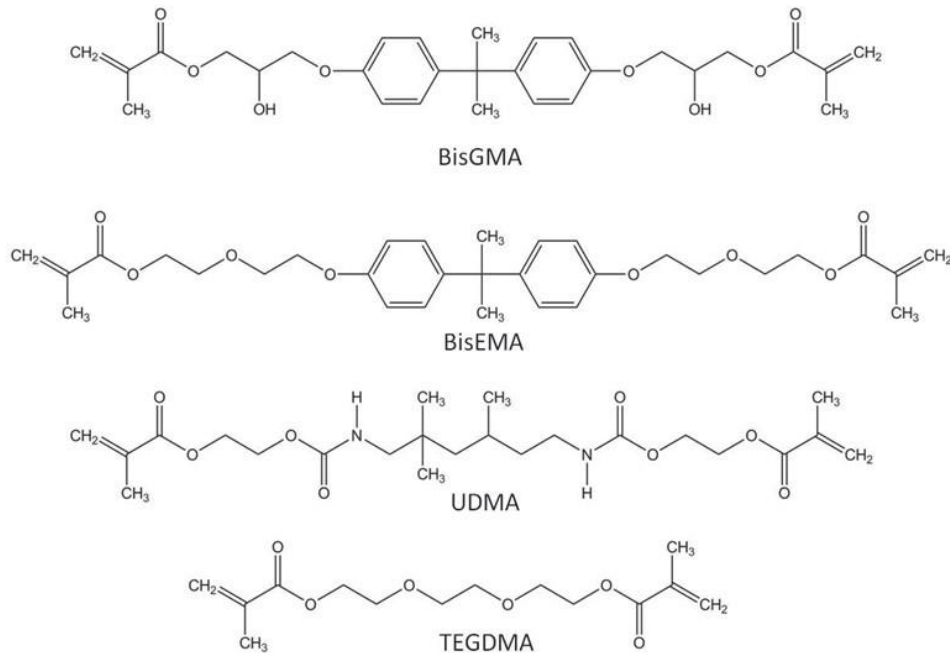
1.2.Pregled naučnih istraživanja u oblasti polimerizacije dentalnih kompozita

Počevši od uvođenja u stomatološku praksu sredinom 20. veka, kompozitni materijali su postepeno dobijali na popularnosti, zahvaljujući naprednoj formulaciji koja je omogućila da postanu adekvatna nadoknada zubnog tkiva (estetski i funkcionalno) uz jednostavnu kliničku primenu. Danas, direktne kompozitne restauracije predstavljaju jednu od najčešćih medicinskih intervencija u ljudskom organizmu, sa prevalencijom od nekoliko stotina miliona postavljenih ispuna svake godine širom sveta [2].

1.2.1. Sastav dentalnih kompozitnih materijala

Uopšteno uzevši, kompozitni materijali (*eng. compose* – sastaviti) predstavljaju kombinaciju više vrsta materijala različitih svojstava, spojenih u cilju unapređenja njihovih karakteristika zarad primene u specifičnim uslovima. Savremeni dentalni kompoziti sastoje se najvećim delom od neorganskih čestica, okruženih bipolarnim vezujućim agensom, raspršenih u organskoj smoli [3,4]. Pored ova tri osnovna činioca, u sastav ulaze foto-inicijatori i inhibitori polimerizacije, razni pigmenti i stabilizatori boje.

a) *Organska komponenta* – polimerna matrica dentalnih kompozita primarno se sastoji od dimetakrilatnih monomera poput BisGMA (bisfenol-A-glicidil metakrilat), TEGDMA (trietilen-glikol dimetakrilat), UDMA (uretan dimetakrilat) i BisEMA (etoksilovan bisfenol-A-dimetakrilat) (Slika 1.) [5,6]. Najveći udeo organske faze uglavnom čini BisGMA, tj. Bovenova smola – velike molekulske mase i visoke viskoznosti, pružajući dobru mehaničku otpornost i stabilnost materijalu u oralnim uslovima, uz malo zapreminsko skupljanje [7]. Međutim, zbog njene znatne viskoznosti onemogućeno je dodavanje veće količine neorganskih čestica u BisGMA, što otežava rukovanje materijalom i smanjuje stepen konverzije monomera u polimer [4]. Stoga se BisGMA kombinuje sa nisko-viskozim monomerima (najčešće TEGDMA), u cilju korigovanja navedenih neželjenih svojstava, ali se s druge strane istovremeno povećava apsorpcija vode i zapreminsko skupljanje, s obzirom na malu molekularnu masu ove smole [8]. U nisko-viskozne monomere spadaju i UDMA i BisEMA koji imaju veliku molekulsku masu, čime pre svega doprinose smanjenju polimerizacione kontrakcije. Zavisno od proizvođača, radi pronalaženja kompromisa između navedenih parametara, mogu da se dodaju i drugi monomeri (npr. AUDMA – aromatični uretan dimetakrilat, TCDDMA – triciklodekan dimetanol dimetakrilat). Pored sastava organske komponente, na konačna svojstva kompozita značajno utiču veličina, oblik i udeo neorganskih čestica [7]. Ukupni maseni udeo organske faze konvencionalnih dentalnih kompozita, iznosi 10-30 % [5].



Slika 1. Hemijska formula najučestalijih monomera u sastavu dentalnih kompozita. BisGMA – bisfenol-A-glicidil metakrilat, BisEMA – etoksilovan bisfenol-A-dimetakrilat, UDMA – uretan dimetakrilat, TEGDMA – trieten-glikol dimetakrilat. [6]

b) *Neorganska komponenta* – Kako bi se unapredila fizička, mehanička, termalna i estetska svojstva dentalnih kompozita, neophodno je da se u njihov sastav uključi i neorganska komponenta [7]. Ova faza utiče na smanjeno zapreminsko skupljanje pri polimerizaciji, doprinosi boljem rukovanju materijalom pre polimerizacije, kao i kvalitetnijem poliranju naknadno [5,8]. Kod savremenih dentalnih kompozita, neorganska komponenta pretežno je bazirana na oksidima silicijuma, cirkonijuma, aluminijuma, barijuma, stroncijuma i cinka, pri čemu su od ključnog značaja udeo i morfologija čestica (veličina i oblik), kao i njihov-indeks prelamanja [7]. Svi ovi parametri zajedno određuju optičke karakteristike materijala i time adekvatnu polimerizaciju [9]. Savremeni konvencionalni kompoziti sadrže čestice različitih veličina i oblika, kako bi se omogućio njihov optimalan raspored unutar smole, uz povećanu masenu zastupljenost (70-87 %) [5]. Iako ovakav procentualni udeo doprinosi unapređenim svojstvima materijala, istovremeno može negativno da utiče na stepen konverzije monomera u polimer [9].

Mikrostruktura neorganskih čestica može da bude u formi vlakana, aglomerata (*eng. clusters*) ili pre-polimerizovanih punioca [5]. Vlakna su uglavnom na bazi SiO₂, međutim iako ojačavaju čitavu kompoziciju, zbog velikog dijametra (dužine > 1 mm, prečnika > 10 μm) otežavaju raspršivanje unutar smole i samim tim prouzrokuju lošiji kvalitet poliranja i estetiku. Submikronski aglomerati takođe unapređuju mehaničke karakteristike materijala, dok pre-polimerizovani punioci (npr. „Isofiller“ – baziran na dimetakrilatnom polimeru sa impregniranim česticama stakla) zbog manjeg modula elastičnosti, utiču na smanjenje zapreminske kontrakcije [10].

c) *Bipolarni vezujući agens* – s obzirom da su polimerna matrica i neorganske čestice međusobno hemijski inertne, potreban je bipolarni agens koji svojim funkcionalnim grupama vezuje obe komponente [4]. Sredstvo koje se najčešće upotrebljava je metakril-oksipropil-trimetoksi silan [7]. Adekvatno povezivanje ove dve komponente od ključnog je značaja za optimalno raspršivanje neorganskih čestica u smoli, pozitivno utičući na mehanička svojstva materijala i smanjenu apsorpciju vode u oralnom okruženju.

d) *Foto-inicijatori i inhibitori polimerizacije* – savremeni svetlosno-aktivirajući kompoziti sadrže molekule koji apsorbuju svetlost određene talasne dužine (tzv. foto-inicijatori) i iniciraju polimerizacionu reakciju stvarajući slobodne radikale [5]. Tipično se primenjuje kamforhinon (*eng. camphorquinone – CQ*) sa ko-inicijatorom (najčešće tercijarnim aminom), čiji je apsorpcioni spektar 410-500 nm sa maksimumom oko 470 nm. Ovakav apsorpcioni spektar odgovara talasnoj dužini većine savremenih LED (*eng. light emitting diode – LED*) uređaja za polimerizaciju. U cilju povećanja broja reaktivnih centara pri polimerizaciji i njenom unapređenju po dubini materijala, mogu da se dodaju i drugi foto-inicijatori, poput fosfin-oksida (2,4,6-trimetil-fosfin oksid – TPO) ili dibenzoil germaniuma (Ivocerin[®], Ivoclar Vivadent AG), koji apsorbuju svetlost nižih talasnih dužina (oko 410 nm) [11]. Samim tim, za optimalnu polimerizaciju ovakvih kompozita, neophodna je primena LED uređaja koji emituju širi spektralni opseg svetlosti. Usled različite hemijske strukture i apsorpcionog spektra, foto-inicijatori su različite boje, što utiče i na konačnu boju materijala.

U sastav dentalnih kompozita ulaze i inhibitori polimerizacije, npr. monometil-etar hidrohinon, koji sprečava spontanu polimerizaciju tokom skladištenja.

e) *Pigmenti i stabilizatori boje* – Pigmenti najčešće u obliku neorganskih oksida, se dodaju kompozitima u malim količinama radi obezbeđivanja adekvatne boje materijala koja odgovara optičkim svojstvima zuba. U cilju stabilizacije boje, u sastav ulaze i apsorberi ultravioletnog zračenja, poput 2-hidroksi-4-metoksi benzofenona [12]. S obzirom da pigmenti takođe apsorbuju određeni deo svetlosne energije, tamnije nijanse boje čine materijal manje translucenim, otežavajući transmisiju svetlosti u dublje slojeve [13]. Stoga je primena svetlijih nijansi bolja, u kontekstu adekvatne polimerizacije sa porastom dubine sloja materijala.

1.2.2. Klasifikacija savremenih dentalnih kompozita

Dentalni kompoziti mogu da se klasifikuju na osnovu tri kriterijuma – viskoznosti, veličine neorganskih čestica i tehnike aplikacije u kavitet za koju su predviđeni [5].

a) Prema viskoznosti:

- *Tečni kompoziti (eng. flowable)* – nisko-viskozni materijali kreirani sa ciljem jednostavne aplikacije u teško dostupne delove kaviteta. Međutim, zbog smanjenog udela neorganske komponente (20-25% manje u poređenju sa konvencionalnim kompozitima) [14], imaju lošije mehaničke karakteristike i veći nivo zapreminskog skupljanja [15]. Samim tim, indikaciono polje ovih materijala u konzervativnoj stomatologiji suženo je na klase kaviteta koje nisu izložene jakim okluzalnim silama (npr. peta klasa po Bleku) i podloge ispod konvencionalnih kompozita [5].

- *Konvencionalni kompoziti (eng. packable/sculptable)* – standardni materijali velike viskoznosti, prethodno opisanog sastava.

b) Prema veličini neorganskih čestica: (Slika 2.)

- *Makropunjeni kompoziti* – prvi sintetisani dentalni kompoziti sa česticama od kvarcnog i barijumskog stakla, ujednačene veličine čestica od oko 10-40 μm . Posedovali su loš kvalitet poliranja i estetiku.

- *Mikropunjeni kompoziti* – iako sa česticama SiO_2 nanostrukture ($\sim 40 \text{ nm}$), nazvani su „mikropunjenim“ radi naglašavanja mikroskopske veličine čestica i usled neprepoznavanja značaja „nano“ terminologije u momentu pojavljivanja na tržištu (oko

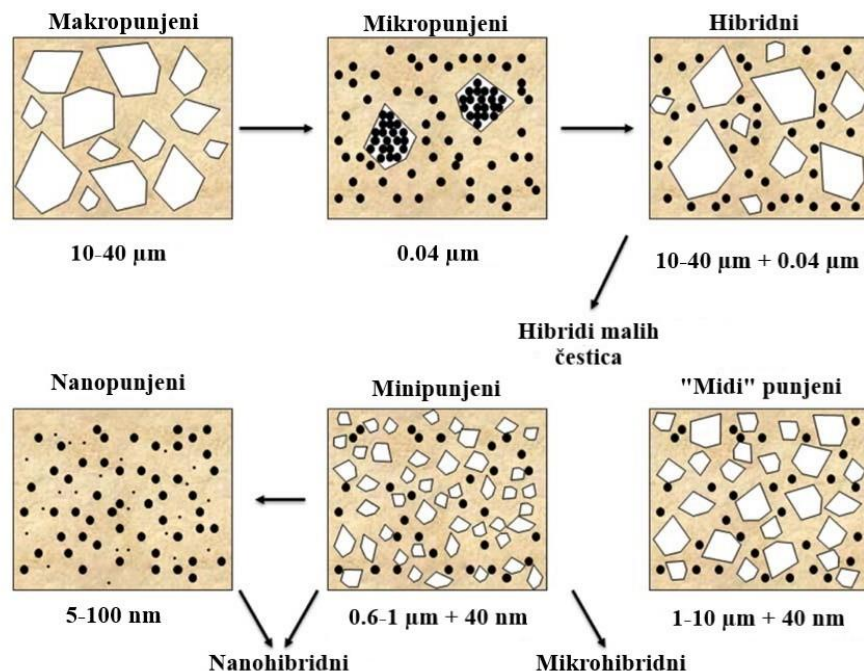
1970. godine). Uvedeni su sa ciljem unapređenja dugotrajne estetike, međutim zbog slabe zastupljenosti neorganske faze, nisu bili zadovoljavajućih mehaničkih karakteristika.

- „*Midi*“-*punjeni kompoziti* – daljim usitnjavanjem neorganske komponente dobijeni su prvi hibridni kompoziti (materijali sa heterogenom veličinom punioca), prosečne veličine preko 1 μm i određenim delom čestica veličine oko 40 nm.

- *Minipunjeni kompoziti (mikrohibridni)* – unapređenjem tehnološkog postupka proizvodnje, omogućena je pojava savremenih kompozita sa česticama submikronskih dimenzija (0.4-1 μm). Zahvaljujući optimalnim mehaničkim i estetskim svojstvima, ova grupa materijala se danas koristi za većinu restaurativnih procedura u prednjoj i bočnoj regiji zubnog luka, te se smatraju univerzalnim dentalnim kompozitima [3].

- *Nanopunjeni kompoziti* – predstavljaju jednu od novijih kategorija materijala, koji u svom sastavu sadrže čestice isključivo nanometarskih dimenzija (1-100 nm), koje obezbeđuju bolja mehanička i estetska svojstva materijalu u odnosu na prethodne grupe materijala [7].

- *Nanohibridni kompoziti* – sadrže neorganske čestice većih dimenzija (0.4-1 μm) u kombinaciji sa nanočesticama. S obzirom da su nastali modifikacijom mikrohibridnih kompozita, osim razlike u veličini čestica, ove dve grupe materijala su veoma sličnih karakteristika.

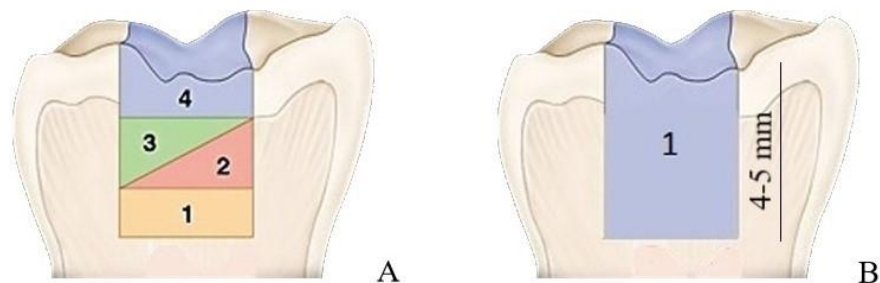


Slika 2. Klasifikacija dentalnih kompozita prema veličini neorganskih čestica. [3]

c) Prema tehnici aplikacije u kavitet: (Slika 3.)

- *Konvencionalni kompoziti* – materijali koji se unose u kavitet standardnom tehnikom u slojevima maksimalne debljine 2 mm (tzv. inkrementalna tehnika), pri čemu je neophodno svetlosno inicirati polimerizaciju svakog pojedinačnog sloja.

- *Bulk-fill kompoziti (eng.)* – relativno novija grupa materijala (tržišno predstavljena oko 2010. godine) kreirana je sa ciljem ubrzanja restaurativne procedure, jer omogućava popunjavanje kaviteta u jednom sloju debljine 4-5 mm [5]. Usled aktuelnosti na tržištu dentalnih kompozita i jednostavnosti primene koja je bila značajna za primenjenu eksperimentalnu postavku, ova grupa materijala je odabrana za ispitivanje u okviru doktorske disertacije.



Slika 3. Tehnike aplikacije kompozitnih materijala u kavitet. A – konvencionalni kompozit (inkrementalna tehnika), B – *bulk-fill* kompozit (jedan sloj 4-5 mm debljine). [16]

d) Zasebne kategorije zasnovane na specifičnom sastavu neorganske faze:

- *Vlaknima ojačani kompoziti* (eng. *fiber reinforced composites*) – materijali unapređene neorganske faze sa staklenim vlaknima, čije dimenzije i orijentacija određuju svojstva materijala. Najčešće su u pitanju vlakna na bazi Ca-Al-B-Si, koja mogu biti kontinuirana/duga ili diskontinuirana/kratka [5]. U poređenju sa drugima grupama kompozita, poseduju superiorna mehanička svojstva najpribližnija prirodnom zubnom tkivu [17]. Zbog lošeg kvaliteta poliranja, preporučuju se pre svega kao podloga ispod univerzalnih kompozita (u dubokim kavitetima izloženim jakim okluzalnim silama).

- *Giomeri* – predstavljaju kompozitne materijale sa specifičnim neorganskim česticama u sastavu, kreiranim modifikovanom S-PRG tehnologijom (eng. *surface reaction type pre-reacted glass-ionomer*) [18]. Ova vrsta neorganskog punioca nastaje acido-baznom reakcijom između staklenih čestica sa dodatkom fluora (F-B-Al-Si) i poliakrilne kiseline. Time je dobijen materijal koji objedinjuje pozitivna svojstva glas-jonomer cementa (dugotrajno oslobađanje/akumulacija fluora), uz zadovoljavajuća estetska i mehanička svojstva dentalnih kompozita [19]. Pozitivni efekti otpuštanja fluora podrazumevaju povećanu otpornost na dejstvo bakterijskih metaboličkih produkata, odnosno smanjeno formiranje dentalnog plaka, prevenirajući time sekundarni karijes [20]. Međutim, iako postoje klinički dokazi o dugotrajnosti restauracija na bazi giomera [21], zbog visoke koncentracije neorganskih čestica (87 % masene zastupljenosti), adekvatan stepen konverzije monomera u polimer kod ovih materijala može biti kompromitovan [19,22].

1.2.3. Bulk-fill dentalni kompoziti

Poput konvencionalnih, i *bulk-fill* kompoziti se javljaju u dve forme zavisno od viskoznosti:

1) *Nisko-viskozni* („tečni“) – moguća aplikacija u sloju 4-5 mm debljine, ali je neophodno prekrivanje površine ispuna slojem univerzalnog kompozita, s obzirom na loše mehaničke karakteristike nisko-viskoznog materijala [19].

2) *Visoko-viskozni* – omogućavaju aplikaciju u jednom sloju debljine 4-5 mm, bez potrebe za dodatnim pokrovnim slojem.

Kako bi ostvarili mogućnost aplikacije u debljim slojevima, *bulk-fill* kompoziti zahtevaju posebnu hemijsku formulaciju koja obezbeđuje adekvatnu polimerizaciju u punoj debljini sloja, smanjenu polimerizacionu kontrakciju, optimalna mehanička svojstva i jednostavno rukovanje.

Specifičnosti *bulk-fill* kompozita u pogledu hemijske strukture:

a) *Modulatori polimerizacione reakcije* – utiču na mehanizam kreiranja polimernih lanaca. Na primer, Tetric® PowerFill (Ivoclar Vivadent AG) sadrži β-alil sulfon, koji prouzrokuje postepenu polimerizaciju i formiranje kraćih polimernih lanaca, nasuprot lančane polimerizacije i kreiranja dugih lanaca kod konvencionalnih kompozita [10]. Ovakav mehanizam polimerizacije dovodi do formiranja homogenije polimerne mreže i smanjenog zapreminskog skupljanja [23]. Slično tome, Filtek™ Bulk-Fill Posterior (3M ESPE) poseduje adiciono-fragmentacioni monomer, koji formiranjem unakrsnih veza između polimernih lanaca, ostvaruje isti pozitivan efekat na zapreminsko skupljanje [24].

b) *Veća translucencija* – podstiče efikasniju polimerizaciju, odnosno stepen konverzije monomera u polimer u dubljim slojevima materijala, usled manjeg rasejanja svetlosti (gubitka energije) pri prolasku kroz materijal [25]. Ovo se postiže pre svega usklađivanjem indeksa prelamanja organske i neorganske faze [9].

c) *Primena više vrsta foto-inicijatora* – proširuje apsorpcioni spektar materijala i iskorišćenost svetlosne energije LED uređaja za polimerizaciju, povećavajući time broj reaktivnih centara polimerizacije i stepen konverzije monomera [25,26]. Međutim, osim

svojstava materijala, na kvalitet polimerizacije značajno utiču i parametri foto-aktivacije (npr. iradijansa svetlosti, vreme ekspozicije i protokol foto-aktivacije) [27,28].

S obzirom da je u pitanju novija grupa materijala, relativno je mali broj studija koje su pratile kliničku evoluciju restauracija na bazi *bulk-fill* kompozita. One dosadašnje, sa periodom praćenja do 6 godina, ukazale su na slične [29], ili čak bolje performanse ovih materijala u poređenju sa konvencionalnim kompozitima [30]. Naprotiv, *in vitro* studije mikromehaničkih svojstava [25,31–34], stepena konverzije ili polimerizacione kontrakcije *bulk-fill* kompozita [22,27,35–39], su prikazale prilično neujednačne rezultate. Takav ishod se može pripisati razmimoilaženju u eksperimentalnoj postavci i multifaktorijalnoj prirodi polimerizacione reakcije, ostavljajući otvoren prostor za dalji rad i unapređenje istraživanja.

1.2.4. Svetlosno indukovana reakcija polimerizacije

Hemijskom reakcijom polimerizacije, monomeri organske faze konvertuju se u polimernu mrežu, pri čemu materijal prelazi iz tečno-smolastog u čvrsto agregatno stanje i dostiže svoja optimalna mehanička i estetska svojstva [8]. Kod savremenih dentalnih kompozita, reakcija polimerizacije je svetlosno indukovana LED uređajem koji emituje svetlost vidljivog dela spektra (400-500 nm). Prema mehanizmu nastanka polimernih lanaca, postoje dve osnovne vrste polimerizacije – lančana (*eng. chain-growth*) i postepena (*eng. step-growth*), dok rezultujući polimeri prema strukturi mogu biti linearni, razgranati i unakrsno povezani [5]. Većina savremenih dentalnih kompozita se vezuje lančanom radikalskom polimerizacijom, i pritom nastaju unakrsno povezani polimerni lanci.

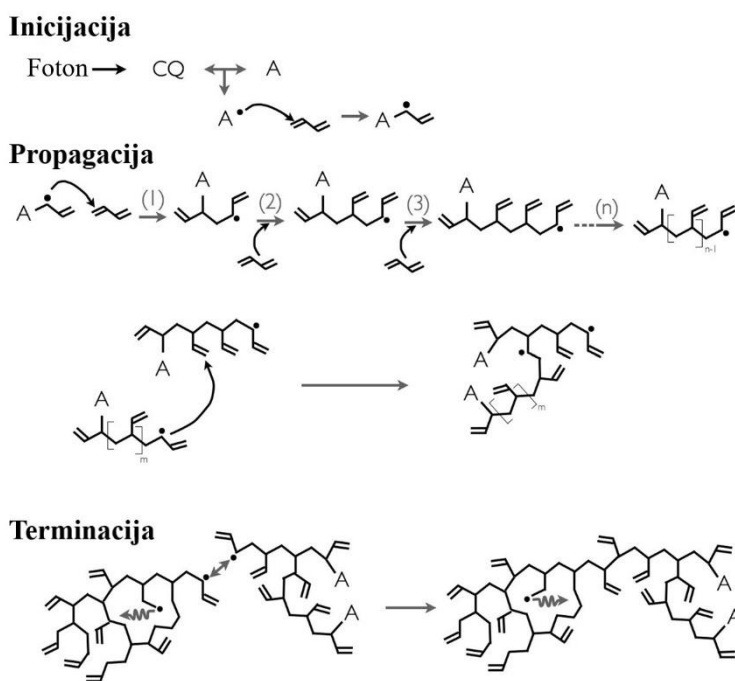
Lančana radikalska polimerizacija obuhvata tri faze (Slika 4.), koje se istovremeno odigravaju na više reaktivnih mesta u materijalu: [5]

1) *Inicijacija* – aktivira se pod dejstvom fotona određene talasne dužine, koja odgovara apsorpcionom spektru foto-inicijatora, što predstavlja fazu foto-aktivacije. Predajom energije od strane fotona, dolazi do homolitičke razgradnje foto-inicijatora, pri čemu nastaje slobodni radikal. S obzirom na prisustvo nesparenog elektrona, molekul slobodnog radikala je nestabilan i veoma reaktivan, te stupa u reakciju sa molekulom

monomera, otvarajući njegovu dvostruku ugljeničnu vezu (C=C), čime monomer postaje makro-radikal.

2) *Propagacija* – označava početak lančane reakcije adicije novih monomera u lanac, pri čemu svaki izreagovani monomer postaje novi reaktivni centar. Dimetakrilatni monomeri mogu da ostvare vezu sa četiri molekula, što dovodi do nastanka unakrsno povezanih polimernih lanaca [28].

3) *Terminacija* – rast polimernog lanca se odigrava velikom brzinom do trenutka kada nestanu reaktivni centri, odnosno dok dva slobodna radikala ne izreaguju međusobno. Nekoliko faktora utiče na kinetiku polimerizacione reakcije, među kojima su koncentracija slobodnih radikala, viskoznost medijuma (odnos monomera u sastavu organske faze), reaktivnost monomera i temperatura [40,41].



Slika 4. Tri faze lančane radikalne polimerizacije. CQ – kamforhinon, A – tercijski amin, ● – slobodni radikal. [28]

Odnos propagacija/terminacija je u velikoj meri kontrolisan difuzijom molekula [8]. Drugim rečima, do momenta dok nije formirano dovoljno polimernih lanaca velike molekulske mase, koji povećavaju viskoznost materijala i ometaju pokretljivost molekula,

propagacija i terminacija paralelno teku sličnim tempom. Nakon toga, kreiranjem novih i većih unakrsno povezanih lanaca, viskoznost materijala se povećava, što označava prvu promenu agregatnog stanja iz viskozno-tečne u elastičnu-gel fazu, poznatu kao gelacija (*eng. gelation*) [5]. Time difuzija velikih polimernih lanaca postaje otežana (smanjujući terminaciju), dok se novi reaktivni centri i dalje formiraju inicijacijom, što podstiče propagaciju – automatsko ubrzanje (*eng. auto-acceleration*) [28]. Daljim napredovanjem reakcije, viskoznost materijala odnosno modul elastičnosti raste, ometajući pokretljivost čak i manjih molekula i smanjujući propagaciju – automatsko usporavanje (*eng. auto-deceleration*). Ovo označava drugu promenu agregatnog stanja, iz elastičnog-gel u čvrsto stanje, pod nazivom vitrifikacija (*eng. vitrification*), ograničavajući dalju difuziju molekula i propagaciju reakcije.

1.2.4.1. Polimerizacioni kontrakcioni napon

Prilikom formiranja polimernih lanaca, prostor između monomera se smanjuje jer se van der Waals sile koje drže monomere na okupu u nepolimerizovanom materijalu, zamenjuju kovalentnim vezama unutar polimernog lanca [4]. Kao posledica ove reakcije, smanjuje se zapremina materijala (1-5 % zavisno od kompozita) – proces poznat pod nazivom polimerizaciona kontrakcija [42,43].

Uporedo sa napredovanjem kontrakcije, materijal menja agregatno stanje iz viskozno-tečnog u čvrsto (modul elastičnosti raste), te mu se smanjuje kapacitet elastične deformacije i nakon tačke vitrifikacije mogućnost difuzije molekula i reorganizacije rastućih polimernih lanaca je onemogućena [4,44]. S obzirom da se polimerizacija postepeno nastavlja i do 24 h posle vitrifikacije, dolazi do razvoja napona u kompozitnoj masi [45]. Međutim, u kliničkoj situaciji usled adhezivne veze koju kompozit ostvaruje sa zubom, naponi se prenose na kontaktnu površinu materijal/zub (Slika 5.), stvarajući tzv. polimerizacioni kontrakcioni napon – PKN (*eng. polymerization shrinkage stress*) [46].



Slika 5. Razvoj PKN pri polimerizaciji kompozita u kliničkim uslovima (strelice ukazuju na smer PKN). Preuzeto sa: <https://www.youtube.com/watch?v=OFCRSgFTqD4>

Stoga, PKN predstavlja kompleksan multifaktorijalni fenomen koji se ne može smatrati samo odlikom materijala, jer je određen kako polimerizacionom reakcijom i svim parametrima koji na nju utiču, tako i kliničkim uslovima u kojima se nalazi kompozitna restauracija [2,47].

Parametri koji određuju PKN:

a) Svojstva materijala i reakcije polimerizacije

Polimerizaciona kontrakcija – prilikom formiranja kovalentne veze između monomera tokom polimerizacije, dolazi do njihovog približavanja što rezultira smanjenjem zapremine materijala [48]. Stepem kontrakcije određen je pre svega sastavom organske faze i udelom neorganske komponente. Naime, monomeri velike molekulske mase (BisGMA, BisEMA, UDMA) imaju manje dvostrukih ugljeničnih veza ($C=C$) po jedinici zapremine [49] i pritom ispoljavaju manju mogućnost difuzije usled visoke viskoznosti, smanjujući stepen konverzije monomera u polimer, što sve zajedno doprinosi manjoj kontrakciji [44,50]. S druge strane, udeo neorganske komponente je obrnuto proporcionalan kontrakciji, jer je pri visokim koncentracijama neorganskih čestica udeo organske faze smanjen [51]. Međutim, iako je polimerizaciona kontrakcija jedan od ključnih faktora za razvoj PKN [48,52,53], manja kontrakcija ne znači nužno i manji PKN, jer je PKN u velikoj meri određen modulom elastičnosti kompozita i zubnog tkiva

(elastičnom deformacijom oni mogu da kompenzuju promene u zapremini, smanjujući PKN) [47,54].

Visko-elastična svojstva kompozita – otpornost materijala na elastičnu deformaciju pod dejstvom sila određena je modulom elastičnosti – E (veća krutost materijala – veći E) [48]. Modul elastičnosti kompozita je direktno proporcionalan udelu neorganske komponente [51]. Dakle, povećani udeo neorganskih čestica istovremeno smanjuje kontrakciju ali i povećava krutost, što iako značajno zbog pozitivnog uticaja na mehanička svojstva kompozita, u krajnjoj liniji negativno utiče na PKN. S druge strane, modul elastičnosti je zavisn i od organske komponente (visoko-viskozni monomeri velike molekulske mase doprinose inicijalno visokom modulu elastičnosti) [50]. Naprotiv, inicijalno niska viskoznost medijuma značajna je zbog veće mogućnosti difuzije molekula i dostizanja većeg stepena konverzije, pre formiranja velikih polimernih lanaca čija mobilnost postaje ograničena porastom modula elastičnosti [55]. Naime, nagli skok modula elastičnosti se dešava oko tačke vitrifikacije, nakon koje je mogućnost reorganizacije i difuzije polimernih lanaca značajno ograničena [56]. Stoga razvoju PKN ne doprinosi čitav iznos kontrakcije, već tek onaj deo koji se desi nakon vitrifikacije [54].

Kinetika polimerizacione reakcije – predstavlja brzinu konvertovanja monomera u polimerne lance, i pre svega je zavisna od sastava organske faze (određuje inicijalnu viskoznost medijuma i broj reaktivnih metakrilatnih grupa), foto-inicijatora (utiče na koncentraciju slobodnih radikala), kao i temperature na kojoj se odigrava reakcija (viša temperatura povećava reaktivnost molekula) [40,55]. Takođe, brzina reakcije je zavisna od režima foto-aktivacije (proporcionalna kvadratnom korenu iradijance svetlosti), koji direktno utiče na stepen inicijacije i propagacije [57]. Stoga, iako se može zaključiti da usporavanje reakcije (npr. primenom slabije iradijance uz dužu ekspoziciju) odlaže vitrifikaciju u funkciji vremena i time daje veći prostor za kompenzaciju zapreminskog skupljanja elastičnom deformacijom [58], istovremeno se i stepen konverzije smanjuje [59]. Pritom treba naglasiti da kompenzacija kontrakcije elastičnom deformacijom pre vitrifikacije, nema značajnog uticaja na smanjenje PKN [59].

Stepen konverzije monomera – s obzirom da konverzija monomera u polimer uključuje njihovo približavanje, napredovanje konverzije povlači veću kontrakciju, dok istovremeno utiče i na porast modula elastičnosti [60]. Shodno tome, očekivana je direktna

proporcionalnost konverzije i PKN, međutim tek će porast konverzije nakon vitrifikacije imati značajnog uticaja na razvoj PKN [59]. Dakle u cilju smanjenja PKN i uspostavljanja optimalne konverzije, odlaganje vitrifikacije u funkciji konverzije može se smatrati povoljnim, što se postiže ubrzanjem reakcije i povećanjem reaktivnosti molekula pri povećanoj temperaturi medijuma [61].

Termalna kontrakcija (TK) – poznato je da se većina čvrstih tela pod dejstvom toplote širi, što je određeno koeficijentom termičke ekspanzije [62]. Nasuprot tome, TK se odnosi na skupljanje tela koja se dešava prilikom hlađenja. Stoga u slučaju dentalnih kompozita, manja TK uslovljena manjim porastom temperature u toku polimerizacije može značajno da doprinese smanjenju PKN, s obzirom da se hlađenje odigrava nakon foto-aktivacije, tj. u kasnijoj fazi polimerizacije pri visokom modulu elastičnosti [63].

b) Klinički parametri

Ograničenja skupljanju kompozita od strane zidova kaviteta – usled adhezivne veze između kompozitnog ispuna i zuba, zidovi kaviteta kojima je okružena restauracija predstavljaju dodatno ograničenje skupljanju materijala pri polimerizaciji [64]. Uticaj ovog kliničkog parametra na razvoj PKN, određen je dvema varijablama [48]:

1) Prva se odnosi na stepen ograničenja i definisana je pojmom – konfiguracioni faktor (tzv. C-faktor), tj. odnosom vezanih i nevezanih površina ispuna sa kavitetom [65]. Naime, očekivano je da veći broj slobodnih (nevezanih) površina ispuna ostavlja veću površinu za kompenzaciju PKN elastičnom deformacijom. Međutim, dokazano je da je uticaj velikog C-faktora značajniji za dinamiku razvoja, nego ukupan iznos PKN [66].

2) Druga varijabla predstavlja otpornost zidova kaviteta određena modulom elastičnosti, te se smatra da će zidovi manjeg modula elastičnosti pružati manje otpora kontrakciji i na taj način umanjiti PKN [66]. Sposobnost deformacije zubne strukture pod dejstvom sila zavisi od geometrije kaviteta i debljine preostalih zidova, te samim tim nije uniformno raspoređena usled različite debljine gornjih i donjih partija kaviteta.

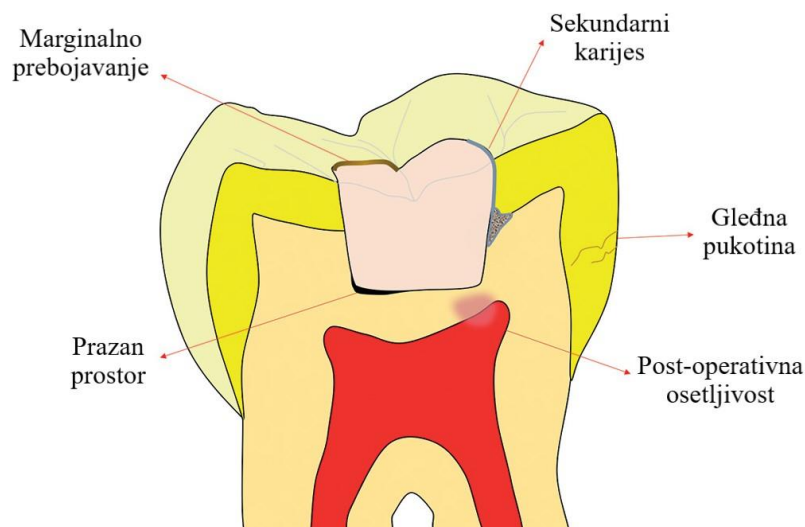
Potencijalne kliničke posledice PKN: (Slika 6.)

Premda PKN nesumnjivo negativno utiče na dugotrajnost kompozitne restauracije, direktnu korelaciju je teško uspostaviti s obzirom na brojne činioce koji određuju kliničku

evoluciju restauracije [67]. S druge strane, imajući u vidu do koje mere je PKN odredio razvoj i tehniku primene dentalnih kompozita, može se zaključiti da je apsolutno klinički relevantan [68]. Zavisno od jačine PKN i adhezivne veze zub/ispun, potencijalne kliničke posledice mogu da se razvijaju u dva pravca:

1) U slučaju da PKN nadvlada jačinu adhezivne veze dolazi do pojave mikropukotina na spoju zub/ispun, najčešće rezultirajući marginalnim prebojavanjem [69,70], ali bez nužnog kompromitovanja dugotrajnosti kompozitne restauracije [71]. Takođe, usled prolaska bakterija iz pljuvačke moguća je pojava sekundarnog karijesa ili post-operativne osetljivosti [72], mada se ipak smatra da je uticaj faktora vezanih za samog pacijenta od ključnog značaja [73].

2) Kada je jačina adhezivne veze veća od PKN, potencijalne posledice mogu biti naprezanje kvržica zuba [74,75], pojava pukotina u gleđi i post-operativna osetljivost [34,76]. Međutim, i u ovom slučaju dominantnu ulogu igraju klinički uslovi u kojima je postavljen ispun, pre nego sam PKN [77].



Slika 6. Potencijalne kliničke posledice polimerizacionog kontrakcionog napona. [2]

Strategije za smanjenje PKN:

Na osnovu navedenih saznanja o poreklu PKN, razvili su se i pojedini klinički pristupi u cilju njegovog smanjenja:

1) *Inkrementalna tehnika postavke kompozita* – podrazumeva unošenje malih porcija materijala u kavitet (do 2 mm debljine) kako bi se smanjio C-faktor i ostvarila adekvatna polimerizacija po čitavoj dubini sloja [78]. Dokazano je da je primena ove tehnike u cilju smanjenja PKN najefikasnija kod kaviteta sa velikim C-faktorom (npr. I klasa po Bleku) i izuzetno krutim zidovima [66].

S druge strane, radi poboljšanja marginalne adaptacije kompozita predložena je varijacija inkrementalne tehnike sa dentalnim instrumentom plasiranim u materijal prilikom foto-aktivacije [79,80]. Naime, dokazano je da postavljanje instrumenta u geometrijsko središte sloja kompozita dovodi do eliminacije tzv. „jedinствене таčke напона“ (*eng. singular stress point*) smanjujući time PKN na adhezivnom spoju zub/ispun. Naime, radi se specifičnoj lokaciji unutar ispitivane strukture u kojoj dolazi do veće koncentracije napona u odnosu na okolna područja, a koja se najčešće određuje matematičkom analizom [81]. Ovakva koncentracija napona zavisna je od brojnih faktora, poput geometrije strukture, raspodele opterećenja i spoljašnjih sila.

2) *Postavka materijala manjeg modula elastičnosti ispod kompozita* – radi smanjenja naprezanja zidova kaviteta i time smanjenog PKN, najčešće je predlagana aplikacija sloja tečnog kompozita ispod definitivnog ispuna [14], pri čemu je osim manjeg modula elastičnosti značajna i debljina ovog dodatnog sloja (sa povećanjem debljine sloja moguće je smanjenje modula elastičnosti) [82,83].

3) *Modifikovani protokoli foto-aktivacije* – sa ciljem izmene kinetike polimerizacije kreirani su različiti režimi foto-aktivacije: „soft-start“ (*eng.*) – primena inicijalno slabije iradijance svetlosti koja se pred kraj ekspozicije naglo povećava na maksimalnu; pulsno-odloženi (*eng. pulse-delay*) – primena inicijalno slabije iradijance, uz kratku pauzu pre primene maksimalne iradijance; eksponencijalni – primena inicijalno slabije iradijance uz kontinuirani porast do maksimalnog iznosa pred kraj ekspozicije. Međutim, stavovi oko primene navedenih protokola su različiti, s obzirom da je efekat smanjenog PKN dovođen u vezu sa lošijim mehaničkim svojstvima materijala i nižim stepenom konverzije [84–86]. Naprotiv, postoje i dokazi o smanjenom PKN bez ugrožavanja ključnih svojstava materijala [87–89].

4) *Zagrevanje kompozita pre upotrebe* – bazirano na ideji postizanja većeg stepena konverzije pre vitifikacije putem ubrzanja reakcije, predloženo je zagrevanje materijala na

temperaturu od 25-60⁰C [61]. Iako su uočeni pozitivni efekti na smanjenje PKN [90,91], treba imati u vidu da povećanje temperature može da ugrozi vitalitet zubne pulpe [92].

5) *Izmene u sastavu materijala* – dodatak monomera velike molekulske mase [54], modulatora polimerizacione reakcije (β -alil sulfon ili adiciono-fragmentacioni monomer) [23] i alternativnih foto-inicijatora [26] u cilju efikasnije polimerizacije i smanjenja PKN, predstavljaju jedne od osnovnih postulata pri kreiranju novih materijala, pre svih *bulk-fill* kompozita [93].

Metode ispitivanja PKN:

S obzirom da PKN nije svojstvo materijala, niti jednostavan odgovor zubnog tkiva na dejstvo sila kontrakcije, njegovo direktno merenje nije moguće, već isključivo indirektno putem ispitivanja sekundarnih manifestacija PKN na okolno zubno tkivo [2,47]. S druge strane, značajnu metodu ispitivanja PKN predstavlja primena matematičkih metoda simulacije napona, odnosno metod konačnih elemenata (*eng. finite element analysis*) [94,95].

Među sekundarnim manifestacijama PKN, najučestalije je ispitivanje naprezanja kvržica zuba primenom sledećih metoda: merača naprezanja (*eng. strain gauges*) [96], različitih optičkih metoda (digitalne holografske interferometrije [97], foto-elastične analize [86], digitalne korelacije slike [98]), mikro-kompjuterizovane tomografija (μ CT) [76], digitalnog mikrometra [99] i Bioman metode [100]. Takođe je moguće ispitivanje pukotina u gleđi kao sekundarne manifestacije PKN, metodom trans-iluminacije LED uređajem [34].

- *Digitalna holografska interferometrija (DHI)* – radi boljeg razumevanja optičkih metoda na bazi lasera (od kojih je DHI primenjena u doktorskoj disertaciji), najpre je potrebno objasniti pojmove lasera i optike. Naime, naziv laser označava skraćenicu izvedenu od definicije na engleskom jeziku (*eng. Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*), koja bi u prevodu na srpski glasila: „pojačanje svetlosti pomoću stimulisane emisije zračenja“, dok se grana fizike koja se bavi izučavanjem svetlosti naziva optika [101]. Dakle, laser predstavlja izvor elektromagnetnog zračenja, koji emituje koherentan snop fotona (jedne talasne dužine, stabilne frekvencije i snage). Potrebno je naglasiti da prema kvantnoj teoriji, svetlost poseduje dvojnju, tj. talasno-čestičnu prirodu

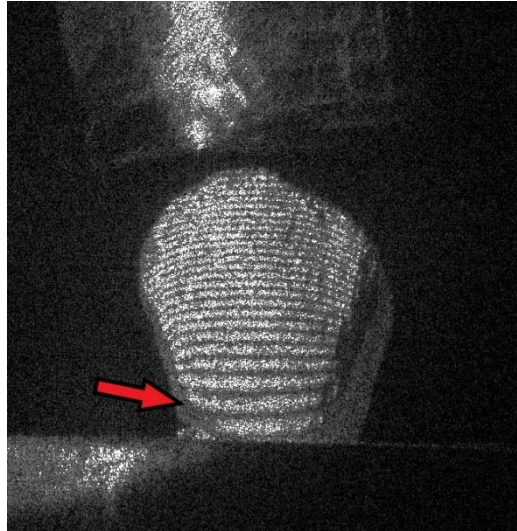
koja podrazumeva propagaciju tzv. „malih paketa energije“ – fotona, u formi talasa [102]. Deo elektromagnetnog spektra koji je vidljiv ljudskom oku nalazi se u opsegu oko 400-700 nm talasne dužine (između ultraljubičastog i infracrvenog dela spektra).

Upravo zahvaljujući svojim koherentnim osobinama, laseri se koriste u holografiji s obzirom da omogućavaju registrovanje interferencije dva elektromagnetna talasa i time snimanje holograma. Uobičajena je percepcija pojma holograma kao trodimenzionalne (3D) prezentacije objekta [97] (naziv hologram potiče od grčkih reči *holos* – kompletan i *gramma* – poruka). Međutim, zavisno od veličine i pozicije nosioca zapisa (kod DHI u pitanju je senzor, tj. sočivo digitalnog foto-aparata) u odnosu na predmet snimanja, određen je sadržaj holograma. Stoga, male dimenzije sočiva ali i naknadna rekonstrukcija snimka na računaru, onemogućavaju 3D vizualizaciju. Za razliku od klasične fotografije koja beleži samo intenzitet svetlosti reflektovane od objekta, hologram istovremeno čuva informacije o amplitudi i fazi (što se postiže interferencijom predmetnog i referentnog laserskog zraka) na osnovu kojih je moguće rekonstruisati objekat [103].

DHI je ostvarila široko rasprostranjenu *in vitro* primenu u industriji i prirodnim naukama za ispitivanja bez razaranja [104]. Za potrebe ispitivanja najčešće se primenjuje laserski snop svetlosti vidljivog dela spektra, neophodna je izuzetna mehanička stabilnost čitave eksperimentalne postavke, digitalna kamera visokog razlaganja (*eng. high resolution*) i računar opremljen odgovarajućim „softverom“ (*eng. software*) za rekonstrukciju holograma [97]. Postupak merenja posredstvom DHI obuhvata dva koraka. U prvoj fazi se na senzoru foto-aparata direktno beleži interferencija referentnog i predmetnog laserskog zraka (rasejanog od predmeta snimanja) – hologram; u drugoj fazi se vrši rekonstrukcija zapisa na računaru, čime se dobija holografski interferogram.

Snimanjem dva ili više holograma na istom nosiocu zapisa (jednog pre, a drugog u toku ili nakon opterećenja), dobijeni likovi predmeta interferišu. Promene usled dejstva opterećenja (na osnovu izmene u optičkoj putanji laserskog zraka), postaju vidljive u vidu interferencionih linija – IL (*eng. fringe*) koje prekrivaju rekonstruisani lik i daju informaciju o nastalim promenama, pri čemu veći broj IL označava veću deformaciju (Slika 7.). Shodno tome, DHI pruža mogućnost nedestruktivne detekcije submikronskih promena (reda veličine talasne dužine laserskog zraka) u realnom vremenu, čineći je veoma pogodnom za ispitivanje deformacije modela zuba usled PKN [75,88,97,105–107]. Treba

imati u vidu da DHI omogućava da se vide promene na površini objekta koji je netransparentan za talasnu dužinu laserske svetlosti, dok se unutrašnje promene mogu registrovati jedino indirektno [97].



Slika 7. Holografski interferogram dobijen metodom digitalne holografske interferometrije. Strelica ukazuje na interferencionu liniju (IL).
Svaka IL označava deformaciju od 532 nm.

1.2.4.2. Temperaturne promene u materijalu pri polimerizaciji

Svetlosno-indukovana reakcija polimerizacije prouzrokuje porast temperature unutar materijala (3.3-40⁰C) usled egzotermne hemijske reakcije pri konverziji monomera u polimer (ΔT_e) i usled apsorpcije zračenja samog svetlosnog izvora (ΔT_i) [108]. Udeo koji ΔT_e i ΔT_i ostvaruju u ukupnom porastu temperature – ΔT_t ($\Delta T_t = \Delta T_e + \Delta T_i$), određen je brojnim faktorima. Razvojem savremenih LED uređaja za polimerizaciju velike iradijance u cilju skraćanja ekspozicije i time vremena pri radu sa pacijentom, povećan je rizik od kompromitovanja adekvatne polimerizacije u dubljim slojevima kompozitne restauracije, kao i potencijalnog pregrevanja zubne pulpe [109]. Stoga je merenje temperaturnih promena pri polimerizaciji značajno jer pruža mogućnost indirektnog monitoringa reakcije polimerizacije, i praćenja uticaja pojedinih faktora na temperaturni porast u blizini komore pulpe.

Parametri koji određuju temperaturni porast pri polimerizaciji:

1) *Svojstva kompozita* – maseni udeo i sastav organske faze direktno određuju egzotermni temperaturni porast (ΔT_e) [110]. Naime, smanjeni procenat organske komponente, kao i prisustvo monomera velike molekulske mase (manji broj reaktivnih grupa) utiče na manji ΔT_e . Takođe, usklađenost apsorpcionog i emisionog spektra fotoinicijatora i svetlosnog uređaja, obezbeđuje optimalnu iskorišćenost svetlosne energije i time sprečava neželjeno pregrevanje [109,111]. Međutim, s obzirom na različite parametre koji determinišu prenos toplote na pulpnu komoru [112], vezu između *in vitro* podataka i kliničkog konteksta je teško uspostaviti. Shodno tome, do danas ne postoji konsenzus oko referentne temperature (niti unutar kompozita, niti unutar pulpne komore) koja bi predstavljala prag potencijalnog štetnog dejstva na zubnu pulpu [113].

S druge strane, značajan uticaj imaju boja materijala (svetlije nijanse ispoljavaju brži i veći ΔT_e uz brže hlađenje [108]) i debljina sloja [110]. Efekat debljine sloja materijala je dvojak: više materijala podrazumeva veći broj reaktivnih grupa i samim tim veći potencijal za generisanje ΔT_e [114], dok deblji sloj deluje kao izolator pri transmisiji toplote ka pulpi, s obzirom na povećano rasejanje svetlosti, smanjujući intenzitet reakcije i time temperaturu u dubini [108].

2) *Svojstva svetlosnog uređaja i protokol foto-aktivacije* – iradijansa svetlosti i ekspozicija značajno doprinose temperaturnom porastu [110,115]. Svetlosni uređaji veće iradijanse predaju materijalu veću količinu energije, i time utiču na veći porast temperature [116], dok značajnu ulogu igra i vreme ekspozicije [111]. Dokazano je da ekspozicija iznad preporučenih vrednosti proizvođača (30 s) nema veliki doprinos dodatnom porastu temperature, međutim svakako povećava rizik od predaje toplote ka pulpnom tkivu [109]. Stoga je efekat modifikovanih protokola foto-aktivacije na manji temperaturni porast očekivan, s obzirom da su zasnovani na varijacijama iradijanse i ekspozicije radi usporavanja reakcije [63,84].

Neposredno nakon foto-aktivacije, nagli skok temperature vezuje se za ΔT_e [108] (vreme do maksimalnih vrednosti temperature kod savremenih kompozita je 5-10 s [109]). S obzirom da je ΔT_e rezultat egzotermne reakcije, smatra se da pruža indirektan uvid u kinetiku polimerizacije, te da maksimum ΔT_e odgovara maksimumu brzine reakcije (*eng.*

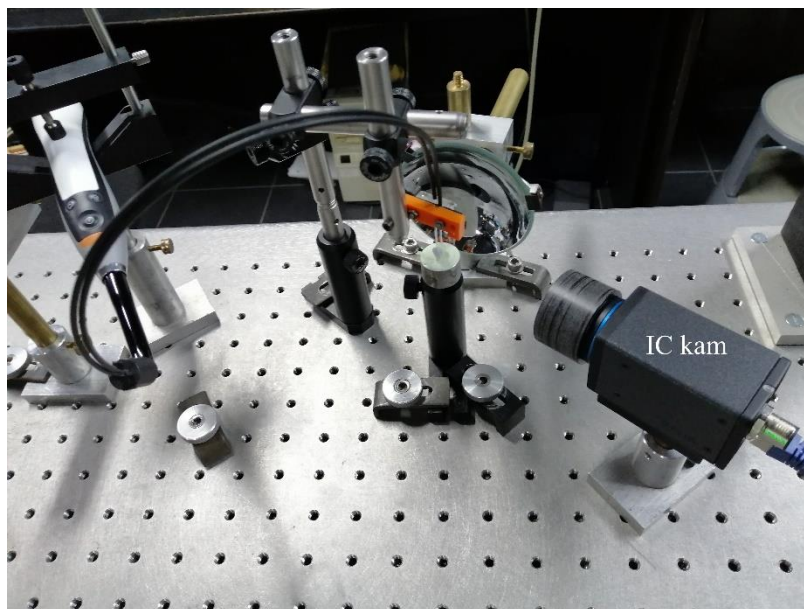
rate of polymerization) [9], i time predstavlja aproksimaciju tačke vitrifikacije [63,117]. Međutim, dokazano je da vitrifikacija koja počinje dosezanjem maksimalne ΔT_e predstavlja tzv. mikro-vitrifikaciju, dok se makroskopski ona odigrava u kasnijoj fazi reakcije [118]. Treba imati u vidu da je vitrifikacija prevashodno određena strukturom rastuće polimerne mreže i ograničenjem difuzije manjih molekula, odnosno naglim porastom modula elastičnosti [56,61].

Metode ispitivanja temperaturnih promena u materijalu:

U prethodnim studijama, temperaturne promene u materijalu su najčešće merene termo-električnim termometrom (*eng. thermocouple*) [117], metodom infracrvene termografije (posredstvom infracrvene kamere) [119] i diferencijalno-skenirajućom kalorimetrijom [84].

Termo-električni termometar zahteva invazivnu proceduru kako bi ostvario direktan kontakt sa zubom ili materijalom [111], i omogućava merenje temperature isključivo u lokalizovanom području (uglavnom je pozicija termometra ispod materijala, te se vrši merenje samo na dnu uzorka [109]). Stoga se usled potrebe za simultanim praćenjem temperaturnih promena na više lokacija, poseže za istovremenom primenom više termometara [114]. Slično tome, kalorimetrija ne pruža mogućnost merenja temperature u široj regiji uzorka [120].

- *Infracrvena termografija (ICT)*, metoda koja je primenjena u doktorskoj disertaciji, omogućava beskontaktno i neinvazivno merenje temperaturnih promena u realnom vremenu [121], što je čini veoma pogodnom za ispitivanja u dentalnoj medicini [88,110,122,123]. Zasnovana je na detekciji infracrvenog (IC) zračenja, koje je emituju sva tela čija je temperatura iznad apsolutne nule (0^0 Kelvina), i njegovoj transformaciji u elektronski signal [121]. IC zračenje označava vrstu elektromagnetnog zračenja, sa talasnim dužinama iznad onih vidljivog dela spektra, te stoga ljudsko oko nije u stanju da ga registruje. Uređaj kojim se vrši snimanje predstavlja IC kamera (Slika 8.), koja zabeležene snimke čini vidljivim dodeljujući određenu boju različitim nivoima IC zračenja, čime nastaje termogram. Intenzitet emitovanog IC zračenja od strane predmeta pre svega je funkcija njegove temperature, te viša temperatura uslovljava jači intenzitet IC zračenja.



Slika 8. Infracrvena kamera – IC kam, fiksirana na optičkom stolu u okviru ispitivanja metodom infracrvene termografije.

Termogram pruža uvid u prostorno-vremensku temperaturnu distribuciju na čitavoj površini uzorka, sa preciznošću od 0.1°C [110]. Definisanjem ciljne tačke ili površine na uzorku, moguće je dobiti podatke o promeni temperature u funkciji vremena na željenom mestu. Takođe, IC kamera je kao prenosni uređaj pogodna za *in vivo* merenja [124], međutim visoka cena uređaja i preciznost merenja zavisna od uslova sredine, predstavljaju osnovna ograničenja ove metode. Naime, ukupno IC zračenje koje beleži senzor IC kamere ne potiče isključivo od emisije objekta snimanja, već i od IC zračenja okolnih struktura koje je reflektovano od objekta snimanja, kao i emisije same atmosfere [121]. S druge strane, treba imati u vidu da atmosfera apsorbuje određenu količinu IC zračenja, te do senzora IC kamere ne dolazi čitav iznos koji je emitovan od objekta. Stoga je važno izvršiti kalibraciju uređaja pre snimanja, pri čemu je najznačajniji parametar emisivnost objekta snimanja. Radi se o parametru koji ukazuje koliko IC zračenja emituje predmet u odnosu na tzv. „crno telo“ pri istoj atmosferskoj temperaturi (emisivnost „crnog tela“ iznosi 1 i smatra se referentnom). Dakle, predmeti niske emisivnosti (npr. čelik, aluminijum) emituju manje IC zračenja u poređenju sa visoko emisivnim u istim uslovima sredine [121].

1.2.4.3. Stepen konverzije monomera u polimer

Parametar koji je definisan odnosom inicijalnog broja monomera (tj. dvostrukih ugljeničnih veza, C=C) u nepolimerizovanom materijalu i njihovog preostalog broja nakon foto-aktivacije, predstavlja stepen konverzije – SK (*eng. degree of conversion*). Kako zbog rane pojave vitrifikacije konverzija svih monomera u polimer nije moguća, prosečna vrednost za konvencionalne dentalne kompozite iznosi 50-75 %, dok je za *bulk-fill* materijale opseg vrednosti nešto viši (50-80 %) [36]. Optimalan SK je od esencijalnog značaja za kompozitnu restauraciju, s obzirom da utiče na njena fizička i mehanička svojstva kao i na biokompatibilnost, iako donji prag vrednosti neophodan za klinički uspeh restauracije nije određen [36]. Treba imati u vidu da visok SK utiče i na povećano zapreminsko skupljanje materijala [57].

Parametri koji određuju SK:

a) **Sastav, optička svojstva i temperatura materijala**

Organska i neorganska faza – Monomeri u sastavu organske faze utiču na viskoznost materijala, a time i na mogućnost difuzije molekula prilikom polimerizacije. Stoga, dodatak nisko-viskoznih monomera ima za cilj smanjenje viskoznosti i bolju difuziju molekula pri formiranju polimernih lanaca, odnosno veći SK [41].

S druge strane, dokazano je da povećan udeo neorganskih čestica rezultira manjim SK, zbog veće kontaktne površine organska/neorganska faza i time većeg rasejanja svetlosti [9,25]. Veličina i oblik čestica takođe značajno utiču na rasejanje svetlosti, pri čemu je utvrđeno da je manje rasejanje (veća transmisija – veći SK) čestica čija je veličina manja od talasne dužine svetlosti [125–127]. Međutim, pojedine studije ukazuju na veće čestice (10 µm) kao razlog boljoj transmisiji svetla i time većem SK, usled smanjenja kontaktne površine organska/neorganska faza [19,32].

Foto-inicijatori – Povećanje koncentracije foto-inicijatora povećava SK, mada postoji optimalan prag koncentracije za svaki materijal, iznad kog dolazi do opadanja SK [128]. S druge strane, primenom različitih vrsta foto-inicijatora utiče se na proširenje apsorpcionog spektra, i time efikasniju iskorišćenost svetlosne energije i povećanje SK [22,129]. Takođe, poznato je da su određeni foto-inicijatori reaktivniji od drugih, pa tako

kamforhinon generiše jedan slobodan radikal homolitičkom razgradnjom, dok su derivati germaniuma značajno reaktivniji [26].

Optička svojstva materijala – Sa porastom debljine sloja materijala, SK progresivno opada, jer se transmisija svetlosti smanjuje usled apsorpcije i rasejanja pri prolasku kroz materijal [130,131]. Apsorpcija se dešava ili od strane pigmenata, što objašnjava slabiju transmisiju svetlosti kod materijala tamnije boje [13], ili od strane foto-inicijatora. Kako bi se rasejanje svetlosti svelo na minimum i time unapredio SK, neophodno je da materijal bude što je moguće transluceniji, što se postiže usklađivanjem indeksa prelamanja organske i neorganske faze [25]. Premda postoji inicijalna razlika u nepolimerizovanom materijalu u korist neorganske faze, polimerizacijom se oni približavaju (IP organske faze raste), pri čemu su optimalno usklađeni pri SK > 50 % [9].

Temperatura materijala – zagrevanje materijala smanjuje njegovu viskoznost (utiče na lakše rukovanje), i povećava reaktivnost slobodnih radikala i monomera. Time je odloženo automatsko usporavanje (*eng. auto-deceleration*) propagacije pri polimerizaciji, što dovodi do povećanja SK [132]. Stoga je ideja o zagrevanju materijala iznad sobne temperature (> 22⁰C) pre upotrebe, detaljno istražena i njen pozitivan efekat na SK dokazan [61,90,133]. Međutim, treba imati u vidu i porast temperature usled oslobađanja toplote pri polimerizaciji (egzotermna reakcija) [9,59,117], kao i zagrevanja od strane samog LED uređaja. Svi ovi parametri mogu da doprinesu povećanom SK, ali isto tako preterano zagrevanje može da ugrozi vitalitet zubne pulpe [111].

b) Drugi parametri foto-aktivacije

LED uređaj za polimerizaciju – za efikasnu polimerizaciju, tj. optimalan SK, neophodno je usklađivanje emisionog spektra LED uređaja sa apsorpcionim spektrom foto-inicijatora [111]. U suprotnom, svaki emitovani foton koji nije iskorišćen za aktivaciju polimerizacije, izaziva zagrevanje u pulpnoj komori i može da ugrozi vitalitet zuba. LED uređaji bazirani na jednoj svetlosno-emitujućoj diodi, emituju relativno mali opseg talasnih dužina sa jednim spektralnim maksimumom, koji odgovara apsorpcionom maksimumu kamforhinona [11], čineći ih tako najefikasnijim za foto-aktivaciju materijala koji sadrže isključivo ovaj foto-inicijator. Međutim, većina savremenih LED uređaja radi na principu

većeg broja dioda, obezbeđujući širi emisijski spektar sa više spektralnih maksimuma, čime je omogućen optimalan SK materijala sa različitim foto-inicijatorima u sastavu.

Iradijansa svetlosti i vreme ekspozicije – adekvatno usklađena iradijansa (snaga optičkog zračenja po jedinici površine – mW/cm^2) sa vremenskim ciklusom, neophodna je kako bi se materijalu predala dovoljna količina energije za aktivaciju odgovarajućeg broja reaktivnih centara i uspostavljanje optimalnog SK [134]. Proizvod iradijanse i ekspozicije označava gustinu energije zračenja (*eng. radiant exposure* – J/cm^2) [135], pri čemu neophodni minimum za optimalan SK nije univerzalan već zavisi od materijala [27,136,137]. Dakle, iako ista gustina energije može biti predata u različitim kombinacijama iradijanse i ekspozicije (veća iradijansa – manja ekspozicija i obrnuto) [138,139], dokazano je da svaki od ovih parametara pojedinačno ima značajan uticaj na SK [27,136,140]. Takođe, uočeno je da postoji gornji prag gustine energije koju materijal može da primi, nakon kojeg dolazi do saturacije SK.

Protokol foto-aktivacije – oko uticaja modifikovanih protokola foto-aktivacije (kreiranih pre svega sa ciljem smanjenja polimerizacione kontrakcije) na SK, mišljenja su podeljena. S jedne strane, postoji određeni broj studija koje ukazuju da je smanjenje polimerizacione kontrakcije povezano sa nižim SK [59,84–86], dok s druge strane postoje dokazi koji govore u prilog zadovoljavajućeg SK pri smanjenoj polimerizacionoj kontrakciji [87,88,120,141,142]. Stoga, uprkos brojnim istraživanjima u ovoj oblasti, ne postoji konsenzus o uticaju modifikovanih protokola foto-aktivacije na SK, te je neophodno paralelno praćenje ovog parametra i polimerizacione kontrakcije [60].

Pozicija svetlosnog vodiča u odnosu na materijal – usled rasejanja svetlosti i gubitka energije pri prolasku kroz vazduh, povećanje razdaljine između površine materijala i svetlosnog vodiča LED uređaja značajno smanjuje SK [134,143,144]. Shodno tome, najbolji rezultati se postižu kada je svetlosni vodič maksimalno približen i upravno postavljen u odnosu na gornju površinu materijala, uz održavanje stabilne pozicije tokom čitave foto-aktivacije [28].

Svojstva materijala zavisna od SK: [5]

a) *Mehanička svojstva* – veći SK ukazuje na veći broj izreagovanih monomera prilikom formiranja polimernih lanaca, definišući time materijal boljih mehaničkih

performansi (modul elastičnosti, tvrdoća i čvrstoća) [84,145–147]. Međutim, s obzirom da na mehanička svojstva utiču i brojni drugi faktori, pre svih sastav materijala koji je značajan za mehanizam polimerizacije [33], korelaciju između SK i mehaničkih svojstava treba posmatrati sa rezervom [130]. Naime, SK ne pruža informaciju o strukturi polimerne mreže, te isti SK ne mora nužno da ukazuje na ista mehanička svojstva materijala [148].

b) *Polimerizaciona kontrakcija* – prilikom konverzije monomera u polimer neizostavno je zapreminsko skupljanje materijala usled približavanja monomera, te je visok SK direktno povezan sa visokom polimerizacionom kontrakcijom [57]. S druge strane, kontrakcioni naponi koji su zavisni kako od zapreminskog skupljanja, tako i adhezivne veze materijal/zub, imaju nelinearnu vezu sa SK. Na ovakvu povezanost ukazuje podatak da napredovanjem reakcije nakon vitifikacije, mali porast SK značajno povećava kontrakcione napone [56,60].

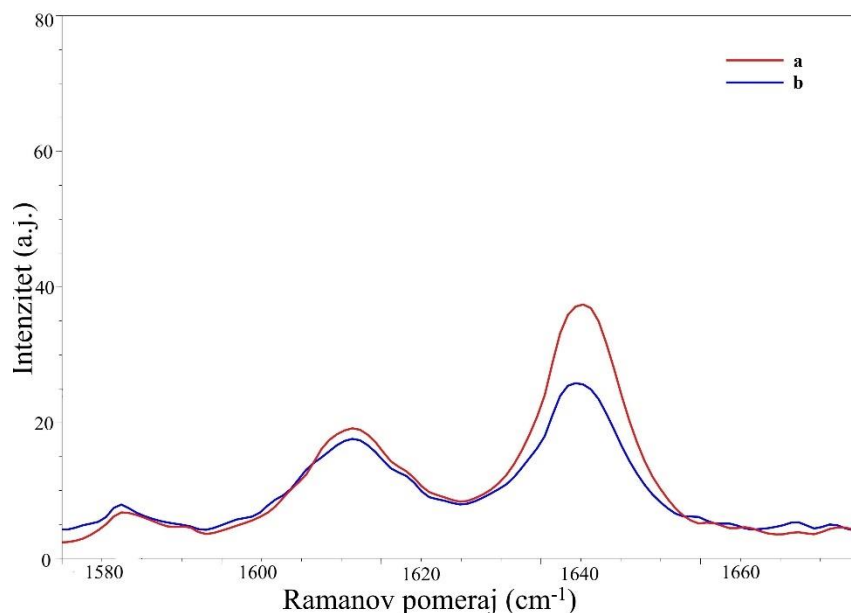
c) *Biokompatibilnost* – brojni gradivni elementi postepeno se oslobađaju iz polimerizovanog materijala u oralno okruženje, poput monomera, aditiva, foto-inicijatora, kao i produkata razgradnje monomera (npr. bisfenol A – BPA) [149,150]. Potencijalno najtoksičniji element predstavlja BPA (može da deluje kao agonista estrogenih receptora), ali nivo oslobađanja tokom 24 h ne predstavlja opasnost po zdravlje pacijenta [149], dok najveći potencijal oslobađanja imaju rezidualni monomeri, s obzirom na njihovu mobilnost i kvantitet u polimerizovanom materijalu (20-50 % neizreagovanih C=C dvostrukih veza). Stoga je očigledan obrnuto srazmerni odnos između SK i količine oslobođenih monomera [151–153]. Ovo je od posebnog značaja kod *bulk-fill* kompozita (moguć niži SK u dubljim slojevima), gde je uočena veća opasnost od oslobađanja toksičnih komponenti [153–155]. Međutim, veliki deo ovih monomera ostaje zarobljen u polimernoj mreži, te je procena da svega 5-10 % monomera ima potencijal otpuštanja u oralno okruženje. S druge strane, veća količina neizreagovanih monomera na površini materijala, može biti povezana sa većom akumulacijom dentalnog plaka, odnosno kolonizacijom kariogenih bakterija [156].

d) *Apsorpcija vode, degradacija, stabilnost boje* – iako nisu izuzetno hidrofilni, monomeri u sastavu organske faze apsorbuju vodu u određenoj meri, pri čemu je stepen apsorpcije zavisan od gustine polimerne mreže, odnosno SK [157]. Naime, poroznija polimerna mreža sa većim intermolekularnim prostorima, dozvoljava veću apsorpciju vode, što ukazuje na direktnu vezu sa SK (niži SK – veća apsorpcija i obrnuto) [158].

Takođe, veće otpuštanje rezidualnih monomera (nizak SK) utiče na formiranje poroznije polimerne mreže koja je podložnija degradaciji, čime je i stabilnost boje ugrožena (izvesno je i da prisustvo enzima i kiselina u oralnoj sredini podstiče degradaciju materijala) [159]. Međutim, moguće je da slične vrednosti SK prate različit stepen apsorpcije vode i degradacije, s obzirom na poznatu multifaktorijalnu prirodu SK i uticaj brojnih parametara foto-aktivacije [148,160].

Metode evaluacije SK:

1) *Direktne metode* – metode vibracione spektroskopije (Furijeova infracrvena spektroskopija (*eng. Fourier transform infrared – FTIR*) i Ramanova spektroskopija) omogućuju dobijanje *in situ* informacija o hemijskoj strukturi uzorka [161]. Naime, svakom molekulu je svojstveno određeno energetska stanje zavisno od rasporeda atoma. Pobuđivanjem uzorka metodama vibracione spektroskopije dolazi do vibracije jezgra atoma prouzrokujući energetska tranziciju, pri čemu svaki atom vibrira precizno definisanom frekvencijom [162]. Shodno tome, svaka hemijska veza unutar molekula poseduje tačno određenu frekvenciju vibracije, te je nakon pobuđivanja moguće dobiti informacije o hemijskoj strukturi molekula predstavljene specifičnim spektralnim linijama (*eng. spectral band*) [5]. S obzirom da je hemijska formula dentalnih kompozita poznata, očitavanje spektra je jednostavno na osnovu podataka iz literature [161]. Izračunavanje SK definisano je odnosom intenziteta alifatičnih i aromatičnih spektralnih linija i poređenjem ovog odnosa pre i nakon polimerizacije [36], s obzirom da aromatična spektralna linija ostaje stabilna tokom polimerizacije i služi kao referentna (Slika 9.) U slučaju izmena u sastavu organske faze (npr. veća količina UDMA) izostaje aromatična spektralna linija, te je potrebno uzeti drugu kao referentnu [163].



Slika 9. Primer Ramanovog spektra dentalnog kompozita. Crvena linija (a) – nepolimerizovan kompozit, plava linija (b) – polimerizovan kompozit. Spektralna linija koja odgovara aromatičnim jedinjenjima (1610 cm^{-1}), spektralna linija koja odgovara alifatičnim jedinjenjima (1640 cm^{-1}).

Fizički procesi u osnovi FTIR i Ramanove spektroskopije se razlikuju, te stoga ne daju identične rezultate u pogledu SK [164]. Izbor metode uglavnom određuju njihova ograničenja, odnosno prednosti koje poseduju i raspoloživost eksperimentalne aparature.

- *Ramanova spektroskopija* – kao metoda izbora u doktorskoj disertaciji, predstavlja neinvazivnu lasersku optičku tehniku, koja se zasniva na neelastičnom rasejanju fotona na uzorku, tzv. Ramanovom efektu [36]. Metoda pruža mogućnost direktnog uvida u hemijsku strukturu materijala bez složene pripreme uzorka (moguće je ispitivanje u izvornom obliku, bez oštećivanja) i time ponavljanje merenja na istom uzorku [132]. Ramanov spektar predstavlja određenu vrstu „otiska prsta“ uzorka, s obzirom da daje kompletnu sliku o hemijskom sastavu i strukturi na submolekulranom nivou. Postojanje gotovih baza podataka, tj. spektara mnoštva bioloških i nebioloških uzoraka, omogućava jednostavnu analizu i identifikaciju spektralnih linija. Takođe je moguće povezivanje spektrometra sa mikroskopom (tzv. mikro-Raman), radi snimanja precizno lokalizovanog spektra [35,153,165].

Osnovu spektrometra baziranog na Ramanovom efektu čini izvor laserskog snopa svetlosti, optički sistem za vođenje i oblikovanje snopa, monohromator i detektor. Kada su u pitanju biološki uzorci, kao izvor pobude Ramanovog rasejanja najčešće se primenjuje laserski snop talasne dužine bliske infracrvene oblasti (750-1400 nm). Usled slabog intenziteta Ramanovog rasejanja, potrebno je duže vreme snimanja spektra kako bi se dobio dobar signal, što predstavlja osnovni nedostatak ove metode jer su onemogućena snimanja u realnom vremenu [132].

2) *Indirektne metode* – merenjem pojedinih svojstava materijala koja su zavisna od SK, poput mikrotvrdoće [147] i dubine polimerizacije (*eng. depth of cure*) [32], moguće je indirektno ispitivanje SK. Međutim usled multifaktorijalne prirode SK, ove metode mogu poslužiti samo kao orijentacioni pokazatelji efikasnosti polimerizacije [130,166].

1.2.5. Svetlosni uređaji za polimerizaciju i svetlosni vodiči

1.2.5.1. Razvoj dentalnih svetlosnih uređaja

Od uvođenja svetlosno-polimerizujućih dentalnih kompozita na tržište oko 1970. godine, svetlosni uređaji za polimerizaciju postali su nezaobilazni deo svakodnevne stomatološke prakse [1]. Prvo su se pojavili kompoziti sa benzoin-metil-etar kao foto-inicijatorom, zahtevajući foto-aktivaciju posredstvom ultra-violetnog (UV) zračenja [167]. Međutim, usled opasnosti od štetnog dejstva kratkih talasnih dužina (365 nm) na ljudsko oko i oralnu mikrofloru, nisu se dugo zadržali na tržištu [168].

Naime, već oko 1980. godine u praksu ulaze materijali sa kamforhinonom (CQ) koji se aktiviraju svetlošću vidljivog dela spektra [167]. Prvi uređaji spektralnog opsega 400-550 nm sa primenom u stomatologiji, bili su na bazi kvarc-volfram halogen sijalice (*eng. quartz-tungsten-halogen – QTH*) [11]. QTH su emitovali širok spektralni opseg uz oslobađanje velike količine energije, te su zahtevali primenu filtera (kako bi se suzio spektar) i ventilatora (radi hlađenja). Premda su bili u upotrebi skoro dve decenije, ograničenja poput velike količine energije konvertovane u toplotu (svega 0.5-2% u plavu svetlost), relativno kratak radni vek (50-100 h) kao i težak i kabast uređaj, dovela su do zamene QTH novijim uređajima [169]. Većina QTH uređaja emitovala je svetlost slabije

iradijance ($400\text{-}500\text{ mW/cm}^2$), zahtevajući ekspoziciju od 30-60 s za polimerizaciju sloja debljine 2 mm [1].

Sa ciljem skraćenja ekspozicije ($<10\text{ s}$), uvedeni su uređaji veće iradijance: argonski laser (*eng. argon-ion laser*) i plazma svetlosni uređaj (*eng. plasma arc curing unit – PAC*) [169]. Međutim, u upotrebi su bili samo kratko vreme, s obzirom na visoku cenu i velike dimenzije bučnog i neprenosivog uređaja [1]. Kako bi QTH uređaji opstali na tržištu, ubrzo je kreirana nova generacija veće iradijance, čime su svojevremeno postali standard [170].

Sledeća inovacija oko 1990. godine, bila je pojava plavih svetlosno-emitujućih dioda (*eng. light-emitting diodes – LED*) na bazi poluprovodnika od indijum-galijum-nitirida, koja je omogućila proizvodnju lakših uređaja na bateriju, uz emisiju svetlosti bez primene filtera [1]. Takođe, LED uređaji su značajno energetske efikasniji u poređenju sa QTH, emitujući više svetlosnog zračenja po jedinici utrošene snage uz duži radni vek ($\sim 10.000\text{ h}$) [171].

1) *Prva generacija LED uređaja* – ušli su u komercijalnu upotrebu oko 2000. godine, i činili su sklop više individualnih dioda (od 7-64) plavog spektralnog opsega, prosečne snage 30-60 mW [170]. Međutim, čak i ovaj veći broj dioda nije mogao da obezbedi iradijansu svetlosti preko 400 mW/cm^2 , što je zahtevalo dugu ekspoziciju, te nisu mogli da pariraju tadašnjim konvencionalnim QTH uređajima.

2) *Druga generacija LED uređaja* – označavaju prelazak sa sklopa više slabijih na jednu diodu veće snage (uz mogućnost konvertovanja 10-30 % energije u plavu svetlost) [170]. Postizanjem iradijance do 1000 mW/cm^2 , omogućene su kraće ekspozicije uz adekvatnu polimerizaciju materijala, čime postaju konkurentni QTH uređajima [172].

3) *Treća generacija LED uređaja* – prelaskom sa jedno-talasnih (*eng. monowave*) na više-talasne (*eng. polywave*) uređaje, omogućena je foto-aktivacija kompozita sa alternativnim foto-inicijatorima u sastavu [170]. Ovi savremeni LED uređaji uglavnom sadrže do 4 diode različitog spektralnog opsega (maksimumi 410 nm i 460 nm) postizući iradijansu do 2000 mW/cm^2 . S druge strane, treba imati u vidu da proizvođači ponekad prijavljuju iradijansu koja je veća od eksperimentalno izmerene [173], kao i da je moguća heterogena distribucija iradijance na izlazu iz svetlosnog vodiča, što sve može da utiče na kinetiku polimerizacije i time na konačna fizičko-mehanička svojstva kompozita [174].

4) Četvrta generacija LED uređaja – smatra se da Bluephase G4[®] i Bluephase PowerCure[®] (Ivoclar Vivadent AG) koji je primenjen u doktorskoj disertaciji (Slika 10.), predvode najnoviju generaciju LED uređaja emitujući svetlost iradijance do 3000 mW/cm², čime je omogućeno skraćanje ekspozicije na 3 s [10]. Poput LED uređaja treće generacije, konstruisani su na bazi dioda koje emituju svetlost UV i vidljivog dela spektra, čime je omogućena foto-aktivacija svih dentalnih kompozita čiji je apsorpcioni spektar u opsegu 385-515 nm.



Slika 10. LED uređaj četvrte generacije – Bluephase PowerCure[®] (Ivoclar Vivadent AG), koji je primenjen u doktorskoj disertaciji. Strelica ukazuje na svetlosni vodič. Preuzeto sa: <https://www.sinclairdental.com/Equipment/Curing-Lights/Bluephase-PowerCure-LED/p/i817ic21>

1.2.5.2. Svetlosni vodiči u dentalnoj medicini

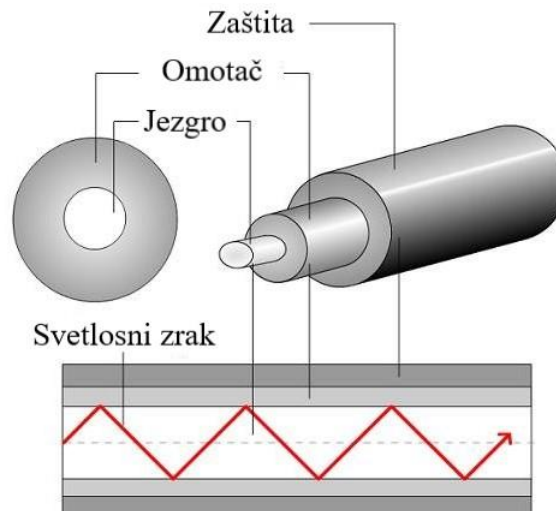
Otkriće lasera polovinom 20. veka, između ostalog je dovelo do značajne tehnološke revolucije usmeravajući razvoj optičkih vlakana kao svetlosnih vodiča, tj. prenosnika informacija na osnovu modulacije intenziteta, amplitude i faze svetlosnog zraka [175]. Počevši od staklenih optičkih vlakana, razvoj tehnologije doveo je do izuma plastičnih optičkih vlakana, čiji je postupak izrade obezbedio manju cenu proizvodnog procesa, dok je elastičnost polimetil-metakrilata (PMMA) od kojeg su izgrađena plastična vlakna, omogućila jednostavnije rukovanje ovakvim optičkim vodičima [176]. Sledstveno

tome, plastična optička vlakna ostavirala su široku primenu pre svega u domenu optičke telekomunikacije [175] i kao senzorni uređaji u biomedicini i biomehanici [177], ali i kao jednostavni svetlosni vodiči [176].

Svetlosni vodiči u dentalnoj medicini:

a) *Kruti svetlosni vodiči* – predstavljaju standardni provodni sistem svetlosti od izvora svetlosnog zračenja do površine kompozitnog materijala, i u osnovi su izgrađeni od snopa staklenih optičkih vlakana čineći krutu sondu [178]. Pomenuti vodiči su dužine uglavnom oko 10 cm i povijeni su pri vrhu kako bi obezbedili lakši pristup teško dostupnim površinama zuba, odnosno kompozitne restauracije. Dijametar sonde može biti isti od izlaza iz uređaja do vrha (od 8-13 mm), ili blago sužen ka vrhu (tzv. „turbo“ vodiči) kako bi se povećala iradijansa svetlosti [171,179]. Međutim, povećanje iradijanse ovim putem jedino je moguće ukoliko postoji sistem koji koncentriše zračenje na manju površinu, tj. pod uslovom da u provodnom sistemu svetlosti nema gubitaka energije.

b) *Fleksibilni svetlosni vodiči* – prema dostupnim saznanjima, fleksibilni svetlosni vodiči tipa optičkog vlakna na bazi PMMA (Slika 11.), dužine od 30-50 cm i prečnika 1-1.5 mm, nisu do sada korišćeni u dentalnoj medicini u svrhu modifikacije protokola foto-aktivacije kompozita.



Slika 11. Ilustracija strukture optičkog vlakna na bazi polimetil-metakrilata (PMMA) primenjenog u doktorskoj disertaciji i propagacije svetlosnog zraka kroz vlakno. [180]

U osnovi, optičko vlakno sačinjeno je od jezgra (visokog indeksa prelamanja), okruženog omotačem (nižeg indeksa prelamanja) koji služi da se smanje gubici svetlosti prilikom savijanja vlakna, kao osnovnog nedostatka ovakvog prenosnog sistema [175]. Različiti indeksi prelamanja svetlosti, kao i debljine jezgra i omotača određuju način na koji će svetlost propagirati kroz vlakno [181]. Osnovni princip propagacije svetlosti kroz optičko vlakno zasnovan je na totalnoj unutrašnjoj refleksiji (*eng. total internal reflection*) na graničnim površinama vlakna [182]. Tada su gubici energije pri refleksiji mali i svetlost može da propagira veoma daleko.

Postoje mono-modna optička vlakna (*eng. single-mode*) koja su manjeg dijametra jezgra (8-10 μm) i omogućuju prenos svetlosti na velike razdaljine, i multi-modna vlakna (*eng. multi-mode*) većeg prečnika jezgra (50-100 μm) koja služe za prenos svetlosti na manje udaljenosti [175]. Za izradu jezgra i omotača koriste se različite vrste polimera i stakla [176], pri čemu je važno da imaju dobre optičke osobine, odnosno visoku transparentnost u nekom spektralnom opsegu i homogenost.

2. CILJEVI I HIPOTEZE

2.1. Ciljevi

Osnovni cilj istraživanja bio je razvoj novog protokola foto-aktivacije dentalnih kompozita posredstvom fleksibilnih optičkih vlakana kao svetlosnih vodiča plasiranih u središte kompozitne restauracije, radi redukcije kontrakcionih napona pri polimerizaciji i direktnog dovođenja svetlosti u dublje slojeve ispuna. Navedeni protokol foto-aktivacije poređen je sa konvencionalnim, a istraživanje je obuhvatilo sledeće ciljeve:

1. Ispitivanje deformacije modela zuba, kao sekundarne manifestacije kontrakcionih napona pri polimerizaciji *bulk-fill* kompozita
2. Monitoring temperaturnih promena pri polimerizaciji *bulk-fill* kompozita, kao indikatora kinetike polimerizacione reakcije
3. Merenje stepena konverzije monomera u polimer *bulk-fill* kompozita, neposredno nakon foto-aktivacije
4. Merenje stepena konverzije monomera u polimer *bulk-fill* kompozita, nakon 24h skladištenja u mraku

2.2. Nulte hipoteze

1. Ne postoji značajna razlika između deformacije modela pri polimerizaciji *bulk-fill* kompozita indukovanoj različitim protokolima foto-aktivacije
2. Ne postoji značajna razlika između temperaturne promene pri polimerizaciji *bulk-fill* kompozita indukovanoj različitim protokolima foto-aktivacije
3. Ne postoji značajna razlika između stepena konverzije *bulk-fill* kompozita neposredno nakon primene različitih protokola foto-aktivacije
4. Ne postoji značajna razlika između stepena konverzije *bulk-fill* kompozita polimerizovanih različitim protokolima foto-aktivacije, nakon 24 h skladištenja u mraku

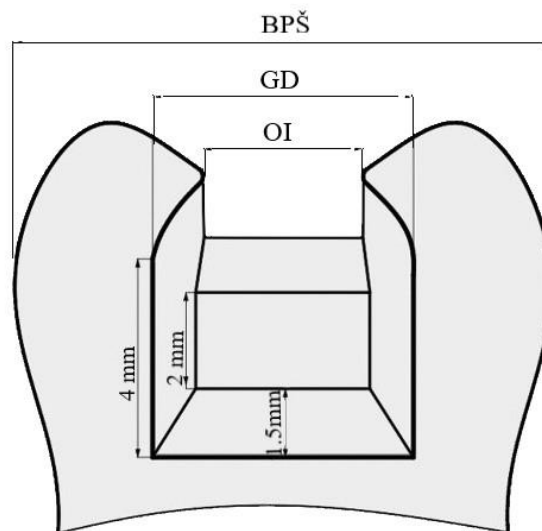
3. MATERIJAL I METODE

3.1. Materijali

3.1.1. Modeli zuba

Radi prevazilaženja biološke varijabilnosti prirodnih zuba i u cilju testiranja eksperimentalne metodologije, istraživanje je sprovedeno primenom modela zuba kao kalupa za odabrane *bulk-fill* kompozitne materijale. Za potrebe kreiranja modela, prikupljen je jedan intaktan humani prvi gornji premolar, bez karijesnih i traumatskih oštećenja, ekstrahovan iz ortodontskih razloga na Odeljenju za oralnu hirurgiju, Klinike za stomatologiju Vojvodine. Sprovođenje istraživanja obavljeno je uz saglasnost Etičkog odbora Klinike za stomatologiju Vojvodine (01-21/8-2021), kao i saglasnost Komisije za etičnost kliničkih ispitivanja Medicinskog fakulteta u Novom Sadu (01-39/32/1).

Nakon uklanjanja periodontalnog ligamenta, izmerena je buko-palatinalna širina zuba (BPŠ = 9 mm). Ovaj podatak je bio neophodan kako bi se adekvatno ispreparisao biološki oblik druge (II) klase mezio-okluzo-distalnog kaviteta (MOD), poštujući Blekove principe preparacije [183]. Preparacija kaviteta je izvršena pomoću dentalne turbine (300.000 rpm) sa vodenim hlađenjem i dijamantskim fisurnim i okruglim svrdlom, radi dobijanja zaobljenih unutrašnjih uglova kaviteta. Oba aproksimalna kaviteta ispreparisana su u širinu $\frac{2}{3}$ BPŠ, dok je okluzalni istmus iznosio $\frac{1}{2}$ BPŠ (Slika 12.).



Slika 12. Šematski prikaz modela zuba sa kavitetom druge (II) klase – MOD.
BPŠ – buko-palatinalna širina, GD – gingivno dno, OI – okluzalni istmus. [183]

Na osnovu dvofaznog otiska krunice zuba, načinjenog pomoću adicisionih silikona (*eng. putty/light-body konzistencije*), vršena je serijska izrada modela. U okviru eksperimentalne postavke simultanog merenja deformacije modela i promene temperature *bulk-fill* kompozita, modeli zuba su napravljeni od dentalnog kompozita po uzoru na prethodne studije [35,184,185]. U tu svrhu odabran je everX-Posterior™ (GC, Japan), *bulk-fill* kompozit ojačan staklenim vlaknima (*eng. short fiber-reinforced composite*), na osnovu sličnih mehaničkih karakteristika sa humanim dentinom (Tabela 1.) [17,186].

Tabela 1. Karakteristike *bulk-fill* kompozita za izradu modela zuba.

Materijal	Klasifikaciona grupa	Organska faza	Neorganska faza	Udeo punioca	Modul elastičnosti	Proizvođač
everX-Posterior™	Vlaknima ojačani bulk-fill kompozit	Bis-GMA, PMMA, TEGDMA	Kratko stakleno vlakno, Ba-B-Si	74.2 % mase,	12-16 GPa [17,187,188]	GC, Japan
				53.6 % zapremine	*Dentin [186] 12-42 GPa	

Bis-GMA – bisfenol-A-glicidil metakrilat; PMMA – polimetil metakrilat;

TEGDMA – trietilen-glikol dimetkriat; Ba-B-Si – barijum-boro-silikat

Postupak izrade kompozitnih modela zuba podrazumevao je unošenje materijala u slojevima debljine do 4 mm, uz foto-aktivaciju svakog sloja prema uputstvima proizvođača. Nakon vađenja iz kalupa, inicirani su dodatni ciklusi foto-aktivacije sa svake strane modela, kako bi se obezbedila aktivacija najvećeg mogućeg broja foto-inicijatora u materijalu. U cilju dosezanja maksimalnog stepena konverzije materijala, modeli su pripremani najmanje 24 h pre izvođenja samog eksperimenta.

S druge strane, za potrebe nezavisnog eksperimenta merenja stepena konverzije *bulk-fill* kompozita posredstvom Ramanove spektroskopije, modeli zuba sa MOD kavitom su načinjeni od dentalnog gipsa (Mega Unistone-M; Megadental GmbH, EN26873/ISO6873, tip 4, zelena boja), koristeći isti otisak krunice kao kalup.

3.1.2. Bulk-fill kompozitni materijali

Za potrebe istraživanja izabrana su tri *bulk-fill* kompozita – jedan iz grupe giomera i dva nanohibridna kompozitna materijala. Testirani su sledeći materijali (Tabela 2.):

- a) Giomerni *bulk-fill* kompozit:
- Beautifil-bulk Restorative (BBR), Shofu INC, Japan
- b) Nanohibridni *bulk-fill* kompoziti:
- Tetric® PowerFill (TPF), Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein
 - Filtek™ Bulk-fill Posterior Restorative (FBP), 3M ESPE, USA

Tabela 2. Karakteristike ispitivanih *bulk-fill* kompozita
(podaci navedeni u specifikaciji materijala datoj od strane proizvođača).

Materijal	Klasifikaciona grupa	Organska faza	Neorganska faza	Udeo punioca	Boja	Proizvođač
Beautifil-Bulk Restorative (BBR)	Giomerni bulk-fill kompozit	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Bis-MPEPP	S-PRG (F-B-Al-Si)	87 % mase, 74.5 % zapremine	A	Shofu INC, Japan
Tetric® PowerFill (TPF)	Nanohibridni bulk-fill kompozit	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TCDDMA, PBPA	Ba-Al-Si, YbF3	79 % mase, 53 % zapremine	IVA	Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein
Filtek™ Bulk-fill Posterior (FBP)		AUDMA, UDMA, DDMA	Silica, zirconia, YbF3	76.5 % mase, 58.4 % zapremine	A2	3M ESPE, USA

Bis-GMA – bisfenol-A-glicidil metakrilat; UDMA – uretan dimetakrilat; TEGDMA – trietilen-glikol dimetakrilat; Bis-MPEPP – bisfenol-A-polietoksi metakrilat; Bis-EMA – bisfenol-A-polietilen glikol dieter dimetakrilat; TCDDMA – triciklodekan dimetanol dimetakrilat; PBPA – propoksilirani bisfenol-A-dimetakrilat; DDMA – 1,12 dodekandiol dimetakrilat; AUDMA – aromatični uretan dimetakrilat; S-PRG (F-B-Al-Si) – površinsko pretrenirani glas-jonomer (*eng. surface reaction type pre-reacted glass-ionomer*) na bazi fluoro-boro-alumino-silikata, YbF3 – Ytterbium trifluorid; Ba-Al-Si – barijum-alumino-silikat

3.1.3. Svetlosni vodiči

Eksperiment je obuhvatio upotrebu dva tipa svetlosnih vodiča:

- 1) Konvencionalni – kruta staklena sonda kao sastavni deo savremenog LED uređaja za polimerizaciju i
- 2) Eksperimentalni – fleksibilna optička vlakna spojena sa konvencionalnim svetlosnim vodičem. Primenjena su dva dijametra optičkih vlakana:
 - a) prečnik (ϕ) – 1 mm
 - b) prečnik (ϕ) – 1.5 mm

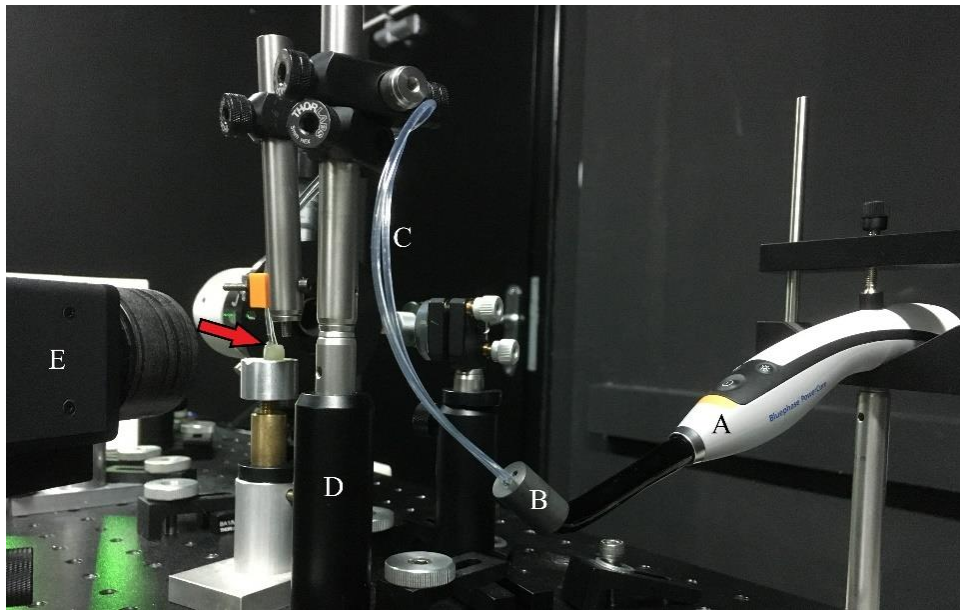
Kao konvencionalni, odabran je svetlosni vodič Bluephase[®] PowerCure LED uređaja za polimerizaciju (Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein), u formi krute staklene sonde (ϕ 9 mm), kao standardni provodni sistem svetlosti od LED uređaja do površine kompozitnog materijala (Tabela 3.). Dijametar je veoma blago sužen idući od izlaza iz samog LED uređaja (ϕ 10 mm), ka vrhu vodiča (ϕ 9 mm).

Tabela 3. Karakteristike Bluephase[®] PowerCure LED uređaja za polimerizaciju.

Svetlosni izvor	Ivoclar Vivadent Polywave LED: 3 LED-a plavog (vidljivog) dela spektra + 1 LED ultra-violetnog (UV) dela spektra			
Generacija LED uređaja	Četvrta			
Opseg talasne dužine	385-515 nm			
Spektralni maksimumi	410 nm i 460 nm			
Programi foto-aktivacije	PreCure (PRE)	High Power (H)	Turbo (T)	3s Cure Mode (3s)
Iradijansa	950 mW/cm ² ± 10 %	1200 mW/cm ² ± 10 %	2100 mW/cm ² ± 10 %	3050 mW/cm ² ± 10 %
Vremenski ciklusi	2 s	5 s/ 10 s/ 20 s	5 s	3 s
Tip svetlosnog vodiča	Kruta staklena sonda			
Dijametar svetlosnog vodiča	Sužen, 10 > 9 mm			

Kao eksperimentalni, odabran je fleksibilni svetlosni vodič tipa optičkog vlakna, koji prema raspoloživim saznanjima nije do sada korišćen u dentalnoj medicini u svrhu modifikacije foto-aktivacije kompozitnih materijala. Posredstvom specijalno dizajniranog

nastavka za LED uređaj, optička vlakna su spojena jednim krajem sa svetlosnim vodičem LED-a, obezbeđujući njihov intiman kontakt i jednostavan prenos svetlosti do željenog mesta (Slika 13.). Primenjena su multi-modna (*eng. multi-mode*) vlakna izgrađena od polimetil-metakrilata (PMMA) dužine svega 30 cm, izbegavajući time značajne gubitke svetlosne energije koji su mogući primenom ove vrste vlakana na većim udaljenostima [175]. Međutim, određeni gubici energije su ipak postojali, usled rasejanja svetlosti i refleksije na krajevima pri propagaciji kroz vlakna.



Slika 13. Eksperimentalna postavka prilikom foto-aktivacije optičkim vlaknima. A – LED uređaj za polimerizaciju, B – specijalno dizajnirani nastavak za povezivanje LED uređaja i optičkih vlakana, C – optička vlakna, D – konstrukcija za stabilizaciju optičkih vlakana, E – infracrvena kamera. Strelica ukazuje na model zuba.

Posredstvom mernog uređaja (Ophir[®], Nova II), prvo je izmerena snaga svetlosnog zračenja (mW) na izlazu iz optičkih vlakana, a zatim je poznajući površinu vrha vlakna izračunata iradijansa (mW/cm^2). Testirana su vlakna dva različita dijametra ($\phi 1 \text{ mm}$ i $\phi 1.5 \text{ mm}$), u cilju ispitivanja različitih iradijansi svetlosti na njihovom izlazu.

Na izlazu iz optičkog vlakna $\phi 1 \text{ mm}$, izmerene su sledeće iradijanse:

- a) $150 \text{ mW}/\text{cm}^2$ – kada je spojeno sa LED uređajem iradijanse $1000 \text{ mW}/\text{cm}^2$, ili
- b) $350 \text{ mW}/\text{cm}^2$ – kada je spojeno sa LED uređajem iradijanse $3000 \text{ mW}/\text{cm}^2$

Na izlazu iz optičkog vlakna $\phi 1.5$ mm, izmerene su sledeće iradijance:

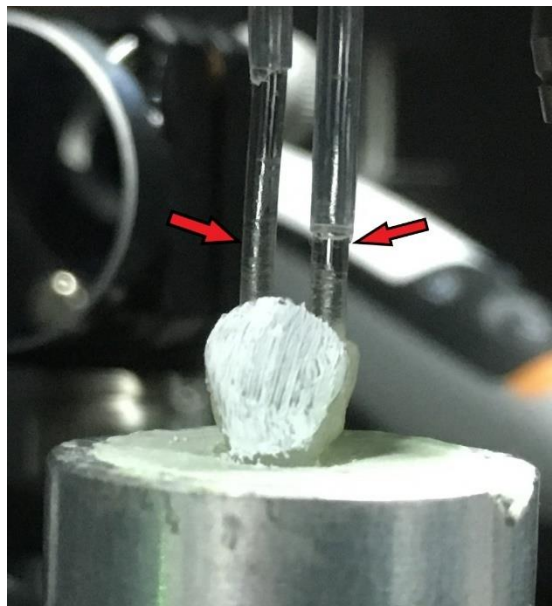
- a) 225 mW/cm^2 – kada je spojeno sa LED uređajem iradijance 1000 mW/cm^2 , ili
- b) 450 mW/cm^2 – kada je spojeno sa LED uređajem iradijance 3000 mW/cm^2

S obzirom da su u materijal utisnuta dva optička vlakna istog dijametra, ukupna iradijansa koja je predata materijalu u prvom koraku eksperimentalnog protokola foto-aktivacije, bila je dva puta veća od navedenih izmerenih iradijansi pojedinačnih vlakana.

3.1.4. Protokoli foto-aktivacije

Primenom navedenih svetlosnih vodiča definisana su dva protokola foto-aktivacije:

- 1) Konvencionalni protokol – sa standardnim svetlosnim vodičem LED uređaja za polimerizaciju postavljenim 1 mm iznad okluzalne površine ispuna
- 2) Eksperimentalni protokol – u dva koraka:
 - a) 1. korak – nakon popunjavanja MOD kaviteta *bulk-fill* kompozitom, dva optička vlakna istog dijametra utisnuta su u kompozitni ispun, radi iniciranja polimerizacije iz unutrašnjosti materijala (Slika 14.)



Slika 14. Model zuba u prvom koraku eksperimentalnog protokola foto-aktivacije.

Strelice ukazuju na optička vlakna.

- b) 2. korak – optička vlakna su uklonjena iz ispuna, zaostali prazni prostori su popunjeni *bulk-fill* kompozitom, a zatim je aktiviran jedan završni konvencionalni ciklus foto-aktivacije

Optička vlakna su pričvršćena iznad modela zuba, obezbeđujući mehaničku stabilnost čitave postavke i jednostavnu manipulaciju. Pre popunjavanja MOD kaviteta, definisana je pozicija vlakana u sredini aproksimalnih kaviteta (2 mm iznad gingivnog dna kaviteta, tj. u ravni pulpnog dna kaviteta), omogućavajući precizno utiskivanje u materijal. Porcija materijala koja je istisnuta sa obe proksimalne strane utiskivanjem vlakana, vraćena je u kavitet pomoću dentalnog instrumenta.

3.1.5. Grupe uzoraka

Na osnovu primenjenog svetlosnog vodiča za foto-aktivaciju *bulk-fill* kompozita, izvršena je podela uzoraka u tri grupe:

- 1) **Kontrolna grupa** – foto-aktivacija *bulk-fill* kompozita u jednom koraku primenom standardnog svetlosnog vodiča (konvencionalni protokol foto-aktivacije, primenom iradijancije i ekspozicije prema uputstvu proizvođača). Materijal TPF je zahvaljujući unapređenom hemijskom sastavu, bilo moguće foto-aktivirati primenom dve iradijancije, odnosno dva vremenska ciklusa. Sledi pregled navedenih parametara prema odabranim *bulk-fill* materijalima:
 - 1.1. BBR – $1000 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s}$
 - 1.2. FBP – $1000 \text{ mW/cm}^2 \times 20 \text{ s}$
 - 1.3. TPF 10s – $1000 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s}$
 - 1.4. TPF 3s – $3000 \text{ mW/cm}^2 \times 3 \text{ s}$

- 2) **Eksperimentalna grupa OV1** – foto-aktivacija *bulk-fill* kompozita u dva koraka. Dijametar optičkih vlakana u 1. koraku: $\phi 1 \text{ mm}$. Sledi pregled ključnih parametara prema ispitivanim materijalima: (1. korak) + (2. korak)
 - 2.1. BBR – $(300 \text{ mW/cm}^2 \times 30 \text{ s}) + (1000 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s})$
 - 2.2. FBP – $(300 \text{ mW/cm}^2 \times 30 \text{ s}) + (1000 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s})$
 - 2.3. TPF 10s – $(300 \text{ mW/cm}^2 \times 30 \text{ s}) + (1000 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s})$
 - 2.4. TPF 3s – $(700 \text{ mW/cm}^2 \times 6 \text{ s}) + (3000 \text{ mW/cm}^2 \times 3 \text{ s})$

3) **Eksperimentalna grupa OV1.5** – foto-aktivacija *bulk-fill* kompozita u dva koraka. Dijametar optičkih vlakana u 1. koraku: $\phi 1.5$ mm. Sledi pregled ključnih parametara prema ispitivanim materijalima: (1. korak) + (2. korak)

3.1. BBR – $(450 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s}) + (1000 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s})$

3.2. FBP – $(450 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s}) + (1000 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s})$

3.3. TPF 10s – $(450 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s}) + (1000 \text{ mW/cm}^2 \times 10 \text{ s})$

3.4. TPF 3s – $(900 \text{ mW/cm}^2 \times 3 \text{ s}) + (3000 \text{ mW/cm}^2 \times 3 \text{ s})$

Tabela 4. Gustina energije zračenja (J/cm^2). Crvenom bojom su obeležene eksperimentalne grupe u kojima je gustina energije manja u odnosu na kontrolnu.

Materijal	Kontrolna grupa	OV1 (1.+ 2. korak)	OV1.5 (1.+ 2. korak)
BBR	10	$(9+10) = 19$	$(4.5+10) = 14.5$
FBP	20	$(9+10) = 19$	$(4.5+10) = 14.5$
TPF 10s	10	$(9+10) = 19$	$(4.5+10) = 14.5$
TPF 3s	9	$(4.2+9) = 13.2$	$(2.7+9) = 11.7$

Gustina energije = Iradijansa (mW/cm^2) x Ekspozicija (s).

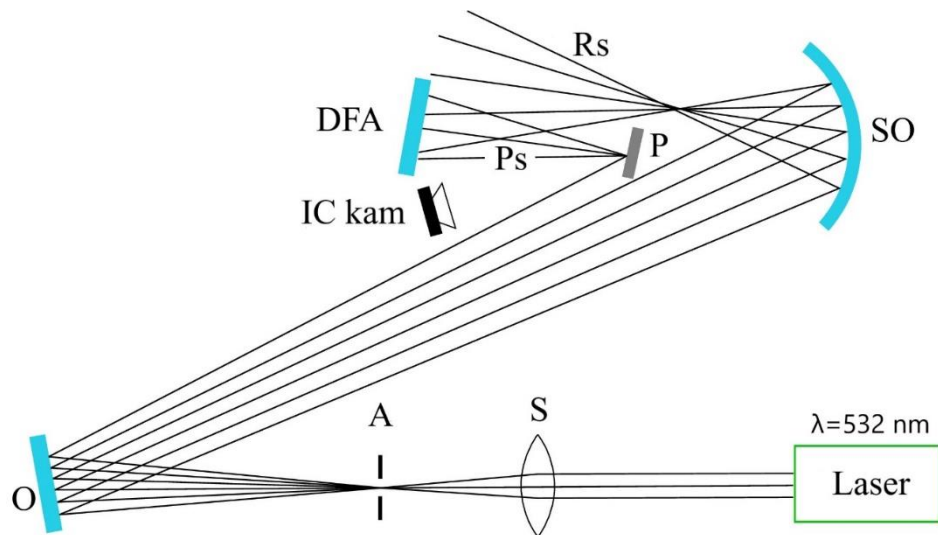
3.2. Metode

3.2.1. Merenje deformacije modela zuba usled kontrakcionih napona digitalnom holografskom interferometrijom

Deformacija modela zuba, kao sekundarna manifestacija napona usled polimerizacione kontrakcije (PKN), merena je u realnom vremenu, nedestruktivnom optičkom metodom – digitalnom holografskom interferometrijom (DHI). Eksperimentalna merenja sprovedena su u Institutu za fiziku u Beogradu.

DHI je zasnovana na interferenciji predmetnog (rasejanog od objekta snimanja) i referentnog laserskog zraka (koji direktno pada na senzor digitalnog foto-aparata), generisanih iz istog izvora zračenja (Coherent® Verdi V5, 532 nm, 5 W, 5 MHz) (Slika 15.) [97]. Zapis ove interferencije pomoću foto-aparata (Canon® EOS50d, 15.1

megapiksela, 4752 x 3168 veličina slike), predstavlja hologram koji sadrži skrivenu sliku objekta. Tokom polimerizacije kompozita, hologrami su beleženi na svakih 10 s u intervalu od 300 s, te su potom prebačeni na računar i numerički rekonstruisani. U procesu rekonstrukcije kreirani su interferogrami, koji su zbog deformacije modela usled PKN, prikazali specifičan interferencioni obrazac. Deformacija je prikazana kao niz interferencionih linija – IL (*eng. fringe*), koje su superponirane na holografskoj slici rekontruisanog predmeta. Broj interferencionih linija na kraju ispitivanog vremenskog intervala odgovara iznosu deformacije (jedna IL označava deformaciju od 532 nm – talasna dužina laserskog snopa). U eksperimentalnim grupama, ukupan iznos deformacije za dati uzorak predstavljen je zbirom deformacije na kraju prvog i drugog koraka foto-aktivacije.



Slika 15. Šematski prikaz eksperimentalne postavke za DHI i ICT. S – sočivo, A – apertura, O – ogledalo, SO – sferno ogledalo, P – predmet, Ps – predmetni snop, Rs – referentni snop, DFA – digitalni foto-aparat, IC kam – infracrvena kamera.

Radi obezbeđivanja mehaničke stabilnosti neophodne za eksperiment, vršeno je fiksiranje modela MOD kaviteta ispunjenih kompozitnim materijalom (15 po podgrupi ispitivanog kompozita) u aluminijumske kalupe pomoću dentalnog gipsa do gledno-cementne granice, ostavljajući kompletnu bukalnu površinu modela dostupnom za ispitivanje. U cilju dobijanja interferencionih linija visokog kontrasta, modeli su prvo

obojeni srebrnim markerom, a potom tankim slojem bele boje, ne utičući time na mehaničke karakteristike modela.

3.2.2. Merenje temperaturnih promena bulk-fill kompozita infracrvenom termografijom

Metodom infracrvene termografije (ICT) sprovedena su simultana beskontaktna merenja promene temperature *bulk-fill* kompozita tokom polimerizacije u realnom vremenu. Infracrvena (IC) kamera (FLIR[®], A65) postavljena je na optički sto 8 cm od modela zuba. Aproksimalna površina kaviteta okrenuta je ka sočivu IC kamere, čime je omogućena vizualizacija kompozita (merenje je vršeno u laboratorijskim uslovima: 21⁰ C, 40 % relativne vlažnosti). Termogrami su beleženi od početka foto-aktivacije u ciklusu od 2 min, brzinom 30 kadrova u sekundi (*eng. frames per second*). Radi dobijanja podataka o promeni temperature u funkciji vremena, termogrami su inicijalno analizirani u programu FLIR[®] Tools (verzija 6.4.18039.1003), a potom je dalja analiza vršena u programu SciDAVis (1.26). Vrednosti maksimalnog porasta temperature beležene su u tri tačke (dno, sredina i vrh proksimalne površine kompozitnog ispuna; 5 uzoraka po podgrupi ispitivanog kompozita), a zatim je izračunata srednja vrednost za ispitivani uzorak. Laboratorijska temperatura je oduzeta od ovih vrednosti.

Deset minuta nakon završene foto-aktivacije (u OV1 i OV1.5 grupama nakon 2. koraka), aktiviran je dodatni ciklus foto-aktivacije iste iradijance i ekspozicije, u cilju određivanja porasta temperature usled samog LED zračenja (ΔT_i). Računanjem razlike između ukupnog temperaturnog porasta (ΔT_t) tokom prve ekspozicije (u OV1 i OV1.5 tokom 2. koraka) i ΔT_i , dobijen je egzotermni temperaturni porast – ΔT_e ($\Delta T_e = \Delta T_t - \Delta T_i$). Ovakav pristup računanju ΔT_e baziran je na pretpostavci da je tokom prve ekspozicije egzotermna reakcija većinski završena, te da je tokom naknadne ekspozicije registrovani temperaturni porast prevashodno rezultat apsorpcije zračenja samog svetlosnog izvora [189].

3.2.3. Merenje stepena konverzije bulk-fill kompozita Ramanovom spektroskopijom

U okviru nezavisnog eksperimenta, sprovedeno je merenje stepena konverzije *bulk-fill* kompozita, posredstvom Ramanove spektroskopije na Departmanu za fiziku, Prirodno-matematičkog fakulteta u Novom Sadu. Snimanje spektra obavljeno je Ramanovim spektrometrom sa mikroskopom (Thermo Scientific™ DXR™; objektiv uvećanja 10 x). Kao izvor pobude korišćen je DPSS laser (780 nm, 24 mW). Površina snimanja iznosila je 3.1 μm, dok je vreme snimanja po spektru bilo 50 x 10 s (~ 8 min).

Na početku eksperimenta zabeležen je spektar nepolimerizovanog materijala. Potom je nakon svakog završenog ciklusa foto-aktivacije, snimljen Ramanov spektar na tri lokacije: dno, sredina i vrh proksimalne površine kompozitnog ispuna (5 uzoraka po podgrupi materijala), radi dobijanja srednje vrednosti stepena konverzije. Nakon skladištenja od 24 h u mraku i laboratorijskim uslovima (21⁰ C, 40 % relativne vlažnosti), ponovljeno je snimanje spektra na istim uzorcima i lokacijama.

Stepen konverzije je računat kao odnos intenziteta spektralnih maksimumana na 1640 cm⁻¹ (alifatični) i 1610 cm⁻¹ (aromatični), nakon završenog ciklusa foto-aktivacije ($R_{polimerizovan}$) i pre primene foto-aktivacije ($R_{nepolimerizovan}$), prema poznatoj formuli [36]:

$$SK(\%) = \left[1 - \frac{R_{polimerizovan}}{R_{nepolimerizovan}} \right] \times 100$$

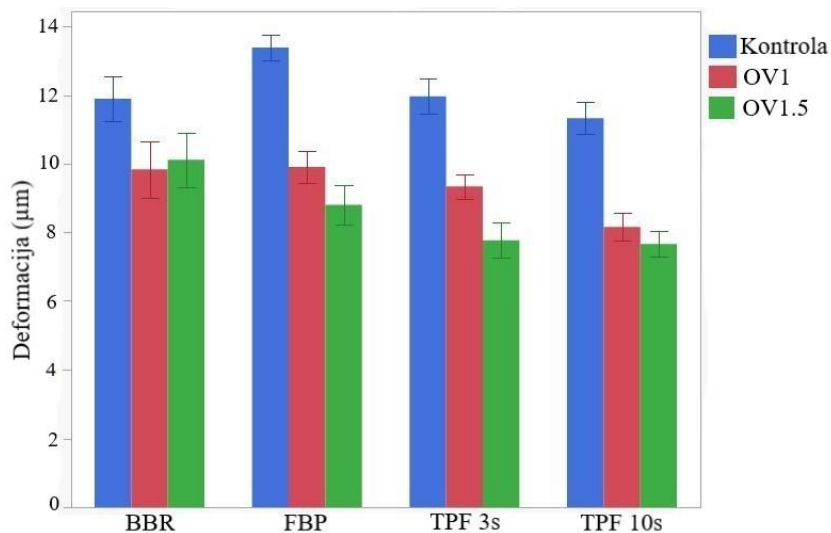
3.2.4. Statistička analiza

Za obradu rezultata upotrebljen je statistički program JMP® (16). Pre sprovođenja analize, ispitan je tip distribucije varijabli Shapiro-Wilk-ovim testom. Nakon utvrđivanja normalne raspodele, za ispitivanje uticaja različitih svetlosnih vodiča na deformaciju modela, promenu temperature i stepen konverzije materijala, primenjena je analiza varijanse sa jednim faktorom (*eng. One-Way analysis of variance – ANOVA*). U slučajevima kada je ANOVA pokazala statističku značajnost, razlike među grupama su dodatno analizirane Danetovim (*eng. Dunnett's*) post-hoc testom. Stepenn značajnosti $p < 0.05$ primenjen je za sve statističke testove.

4. REZULTATI

4.1. Rezultati istraživanja deformacije modela zuba

Analiza varijanse sa jednim faktorom (*eng. One-Way ANOVA*) primenjena je u cilju utvrđivanja uticaja dva protokola foto-aktivacije (konvencionalnog posredstvom standardnog svetlosnog vodiča, i eksperimentalnog posredstvom optičkih vlakana $\phi 1$ mm ili $\phi 1.5$ mm u prvom koraku) na deformaciju modela zuba kao sekundarnu manifestaciju PKN. Analizom je utvrđeno da su srednje vrednosti ukupne deformacije (1. korak + 2. korak) u obe eksperimentalne grupe, statistički značajno niže u poređenju sa kontrolnom grupom kod svih ispitivanih materijala. Učinak koji je ostvario eksperimentalni protokol foto-aktivacije u pogledu smanjenja deformacije modela u odnosu na kontrolnu grupu, kretao se u rasponu 15-35 % niže deformacije (Tabela 5.). Grafikon 1. prikazuje srednje vrednosti deformacije u svim ispitivanim grupama.



Grafikon 1. Srednje vrednosti deformacije (μm) sa 95% intervalom poverenja u svim ispitivanim podgrupama *bulk-fill* kompozita. Kontrola – konvencionalni protokol foto-aktivacije, OV1 – eksperimentalni protokol foto-aktivacije posredstvom optičkih vlakana $\phi 1$ mm u prvom koraku, OV1.5 – eksperimentalni protokol foto-aktivacije posredstvom optičkih vlakana $\phi 1.5$ mm u prvom koraku. BBR – Beautifil-bulk Restorative, FBP – Filtek™ Bulk-fill Posterior, TPF – Tetric® PowerFill.

Tabela 5. Srednja vrednost deformacije (μm) sa standardnom devijacijom (SD).

Grupa		BBR	FBP	TPF 3s	TPF 10s
Kontrola		11.9 (1.2)	13.4 (0.7)	12 (0.9)	11.3 (0.8)
OV1	1.korak	0.3 (0.3)	1.1 (0.3)	0.6 (0.3)	1.3 (0.6)
	2.korak	9.6 (1.4)	8.8 (0.7)	8.8 (0.7)	6.8 (1)
	ukupno	9.8 (1.5)	9.9 (0.8)	9.3 (0.7)	8.2 (0.7)
* Redukcija u odnosu na kontrolu		17 %	26 %	22 %	28 %
OV1.5	1.korak	0.5 (0.3)	0.6 (0.1)	1.7 (0.4)	1.5 (0.4)
	2.korak	9.6 (1.3)	8.2 (1)	6.1 (0.7)	6.1 (0.7)
	ukupno	10.1 (1.4)	8.8 (1)	7.8 (0.9)	7.7 (0.7)
* Redukcija u odnosu na kontrolu		15 %	34 %	35 %	32 %

Sledi pregled rezultata statističke analize prema podgrupi materijala:

Beautifil-bulk Restorative (BBR)

One-way ANOVA: $F(2,42)=9.913$, $p=0.0003$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p=0.0004$), OV1.5 ($p=0.0019$)

Filtek Bulk-fill Posterior Restorative (FBP)

One-way ANOVA: $F(2,42)=116.407$, $p<0.0001$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p<0.0001$), OV1.5 ($p<0.0001$)

Tetric PowerFill (TPF 3s)

One-way ANOVA: $F(2,42)=94.766$, $p<0.0001$

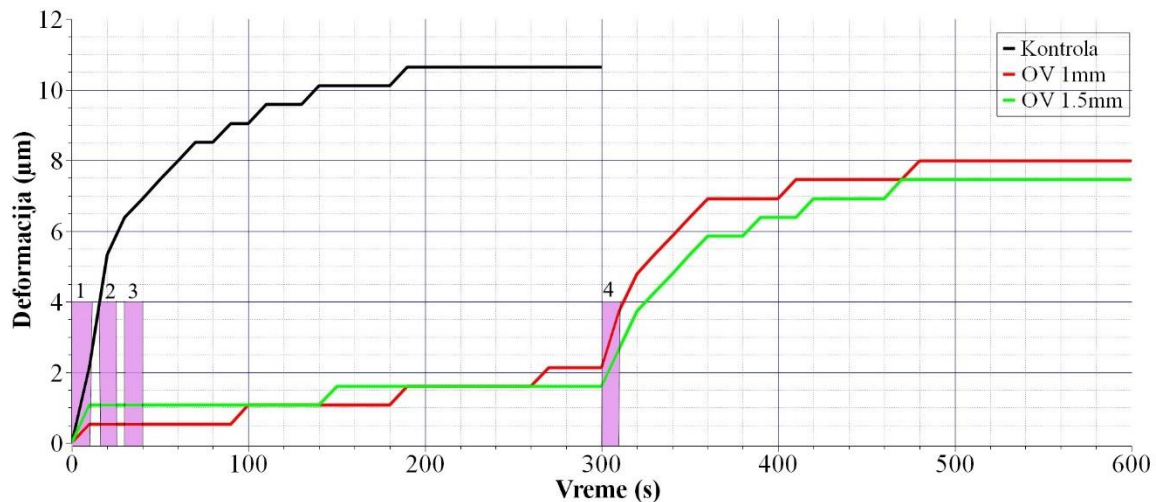
Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p<0.0001$), OV1.5 ($p<0.0001$)

Tetric PowerFill (TPF 10s)

One-way ANOVA: $F(2,42)=104.199$, $p<0.0001$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p<0.0001$), OV1.5 ($p<0.0001$)

Grafikon 2. prikazuje deformaciju modela u funkciji vremena u sve tri grupe, za materijal TPF 10s. Interval merenja posredstvom DHI iznosio je 300 s. U eksperimentalnim grupama (OV1 i OV1.5), postojala su dva intervala snimanja od 300 s za svaki korak foto-aktivacije, pri čemu je između njih postojala pauza radi izvlačenja optičkih vlakana i popunjavanja zaostalih praznih prostora. Radi lakše interpretacije, deformacija je u ovim grupama predstavljena kao kontinuirana kriva. LED iradijacija predstavljena je površinama roze boje i označava interval od 10 s.



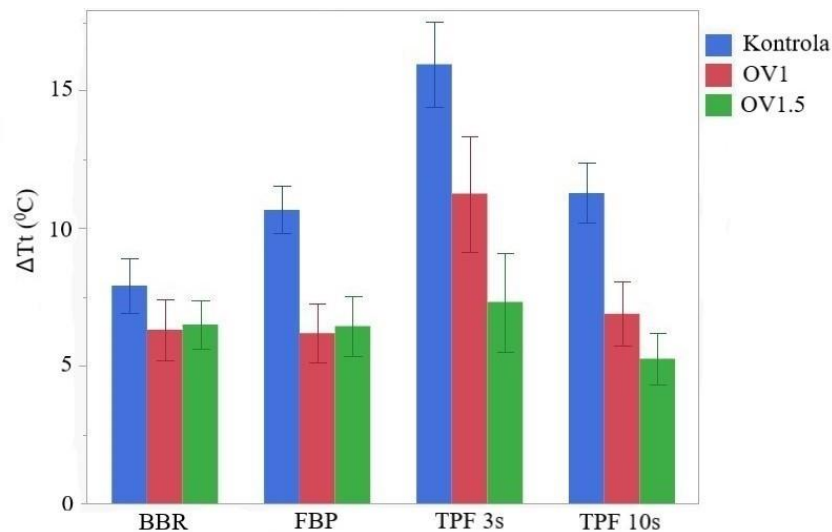
Grafikon 2. Deformacija modela (μm) u funkciji vremena (s) – tipičan (median) uzorak za sve tri grupe, materijal TPF 10s. LED iradijacija u kontrolnoj grupi: 1 ; LED iradijacija u grupi OV1: prvi korak = 1+2+3, drugi korak = 4; LED iradijacija u grupi OV1.5: prvi korak = 1 , drugi korak = 4.

4.2. Rezultati promene temperature bulk-fill kompozita pri polimerizaciji

4.2.1. Ukupni temperaturni porast (ΔT_t)

Analiza varijanse sa jednim faktorom (*eng. One-Way ANOVA*) primenjena je u cilju utvrđivanja uticaja dva protokola foto-aktivacije (konvencionalnog i eksperimentalnog) na promenu ukupne temperature (ΔT_t). U obe eksperimentalne grupe (OV1 i OV1.5) kod svih ispitivanih materijala, maksimum ΔT_t postignut je u 2. koraku foto-aktivacije. Analizom je utvrđeno da su srednje vrednosti ΔT_t , statistički značajno niže u obe eksperimentalne grupe u poređenju sa kontrolom kod svih materijala, izuzev u slučaju podgrupe BBR OV1.5.

Učinak koji je ostvario eksperimentalni protokol foto-aktivacije u pogledu smanjenja ΔT_t u odnosu na kontrolnu grupu, kretao se u rasponu 18-54 % niže ΔT_t (Tabela 6.).



Grafikon 3. Srednje vrednosti ukupnog temperaturnog porasta ΔT_t ($^{\circ}\text{C}$) sa 95% intervalom poverenja u svim ispitivanim podgrupama *bulk-fill* kompozita.

Sledi pregled rezultata statističke analize prema podgrupi materijala:

Beautiful-bulk Restorative (BBR)

One-way ANOVA: $F(2,42)=3.595$, $p=0.0362$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p=0.0343$), OV1.5 ($p=0.0656$)

Filtek Bulk-fill Posterior Restorative (FBP)

One-way ANOVA: $F(2,42)=28.651$, $p<0.0001$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p<0.0001$), OV1.5 ($p<0.0001$)

Tetric PowerFill (TPF 3s)

One-way ANOVA: $F(2,42)=25.752$, $p<0.0001$

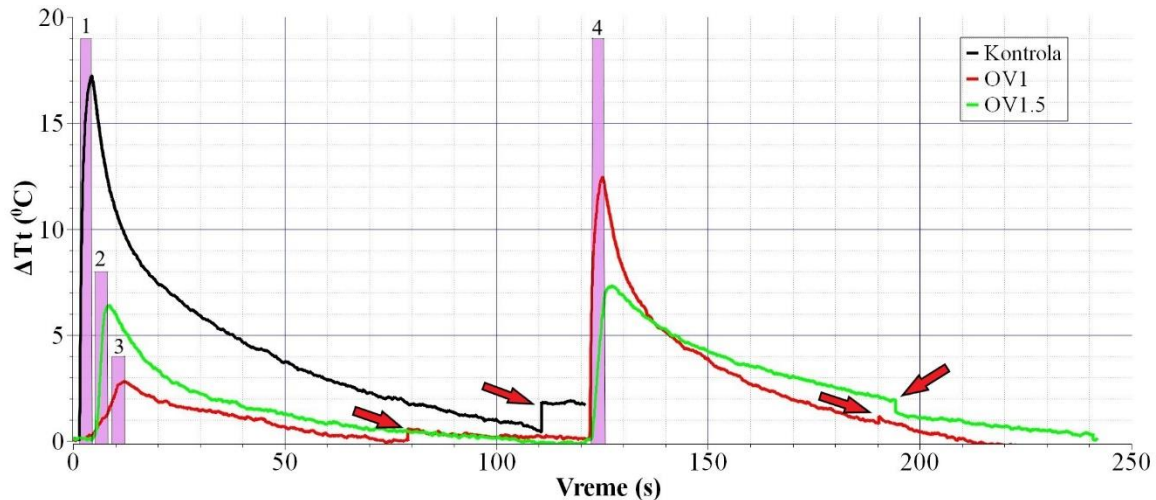
Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p=0.0007$), OV1.5 ($p<0.0001$)

Tetric PowerFill (TPF 10s)

One-way ANOVA: $F(2,42)=39.003$, $p<0.0001$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p<0.0001$), OV1.5 ($p<0.0001$)

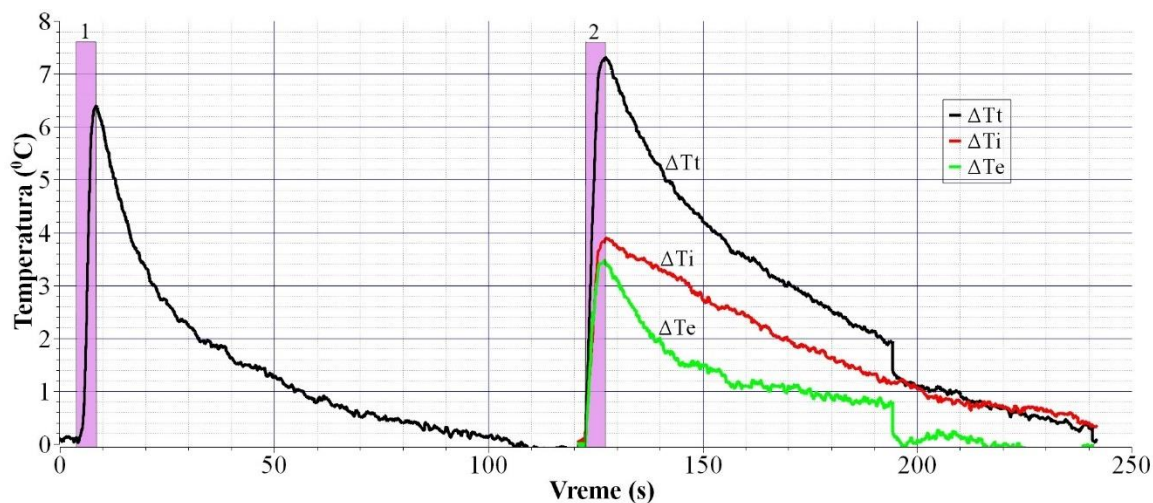
Grafikon 4. prikazuje ΔT_t u funkciji vremena u sve tri grupe, za materijal TPF 3s. Interval merenja posredstvom ICT iznosio je 120 s. LED iradijacija predstavljena je površinama roze boje i označava interval od 3 s. Nagli skok temperature u toku hlađenja uzorka (označen strelicama), rezultat je automatske kalibracije infracrvene kamere na koju nije moguće uticati.



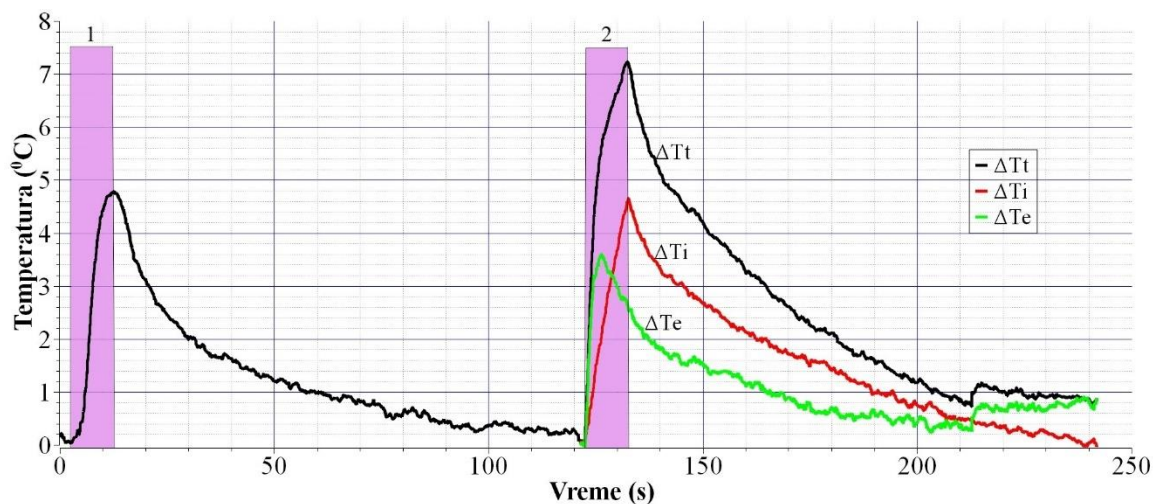
Grafikon 4. Ukupni temperaturni porast ΔT_t (°C) u funkciji vremena (s) – tipičan (median) uzorak za sve tri grupe, materijal TPF3s. LED iradijacija u kontrolnoj grupi: 1; LED iradijacija u grupi OV1: prvi korak = 2+3, drugi korak = 4; LED iradijacija u grupi OV1.5: prvi korak = 2, drugi korak = 4. Strelice ukazuju na kalibraciju infracrvene kamere.

4.2.2. Egzotermni temperaturni porast ($\Delta T_e = \Delta T_t - \Delta T_i$)

Merenjem temperaturnog porasta usled iradijacije LED uređaja (ΔT_i), bilo je omogućeno izračunavanje temperaturnog porasta usled egzotermene reakcije (ΔT_e). Grafikon 5. prikazuje promenu temperature (ΔT_t , ΔT_i , ΔT_e) u funkciji vremena u grupi OV1.5 za materijal TPF 3s, a Grafikon 6. za materijal TPF 10s iz iste grupe. Navedene podgrupe su izdvojene usled većeg ΔT_t u prvom koraku foto-aktivacije u odnosu na ΔT_e u drugom koraku (Tabela 6.). U Tabeli 7. predstavljeno je vreme dosezanja maksimalnog ΔT_e , odnosno ΔT_t u prvom koraku eksperimentalnih grupa.



Grafikon 5. Temperaturni porast ($^{\circ}\text{C}$) u funkciji vremena (s) u grupi OV1.5, materijal TPF3s. ΔT_t - ukupna temperatura; ΔT_i - temperatura iradijacije LED uređaja; ΔT_e - egzotermna temperatura. Roze površina – LED iradijacija 3 s; 1. korak – 1, 2. korak – 2.



Grafikon 6. Temperaturni porast ($^{\circ}\text{C}$) u funkciji vremena (s) u grupi OV1.5, materijal TPF10s. ΔT_t - ukupna temperatura; ΔT_i - temperatura iradijacije LED uređaja; ΔT_e - egzotermna temperatura. Roze površina – LED iradijacija 10 s; 1. korak – 1, 2. korak – 2.

Tabela 6. Ukupni temperaturni porast ΔT_t ($^{\circ}\text{C}$); porast temperature usled LED iradijacije ΔT_i ($^{\circ}\text{C}$); egzotermni temperaturni porast ΔT_e ($^{\circ}\text{C}$) sa standardnom devijacijom (SD). Crvenom bojom su obeležene eksperimentalne grupe u kojima je ΔT_t u 1. koraku veći u odnosu na ΔT_e u 2. koraku.

ΔT ($^{\circ}\text{C}$)	Grupa		BBR	FBP	TPF 3s	TPF 10s
ΔT_t	Kontrola		7.9 (1.8)	10.7 (1.6)	16 (2.8)	11.3 (2)
	OV1	1.korak	0.9 (0.4)	1.1 (0.2)	2.7 (0.7)	2.5 (0.5)
		2.korak	6.3 (2)	6.2 (1.9)	11.3 (3.8)	6.9 (2.1)
	* Redukcija u odnosu na kontrolu		20 %	42 %	29 %	39 %
	OV1.5	1.korak	1.6 (0.6)	1.7 (0.3)	5.6 (1.8)	4.3 (0.9)
		2.korak	6.5 (1.6)	6.5 (2)	7.3 (3.2)	5.3 (1.7)
	* Redukcija u odnosu na kontrolu		18 %	39 %	54 %	53 %
ΔT_i	Kontrola		3.3 (0.9)	6.1 (1.3)	4.2 (1.7)	4.6 (1.5)
	OV1 (2.korak)		3.6 (1.1)	4 (1.2)	4.6 (1.8)	5.1 (1.7)
	OV1.5 (2.korak)		3.8 (0.8)	3.6 (1.2)	4.3 (1.8)	3.4 (1.1)
ΔT_e	Kontrola		5.3 (1.2)	6.4 (1.2)	12.7 (1.4)	10.1 (1.6)
	OV1 (2.korak)		3.1 (0.9)	2.3 (0.8)	7.7 (2.6)	2.7 (0.9)
	OV1.5 (2.korak)		3.2 (0.9)	3.1 (1.3)	3.4 (1.6)	2.4 (0.9)

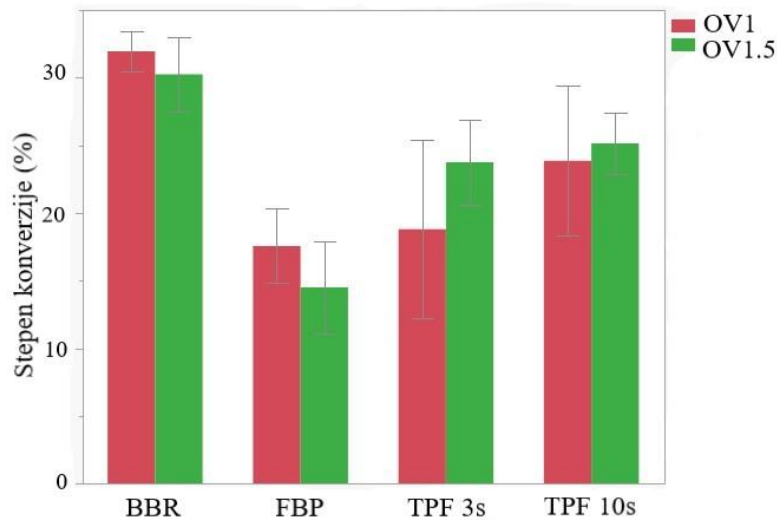
Tabela 7. Vreme dosezanja (s) maksimalnog ΔT_e (odnosno ΔT_t u 1. koraku OV1 i OV1.5 grupa), sa standardnom devijacijom (SD).

Grupa		BBR	FBP	TPF 3s	TPF 10s
Kontrola		5.1 (1.1)	7.5 (1.7)	1.9 (0.3)	2.5 (0.5)
OV1	1.korak	32.7 (4.1)	30.9 (3)	8.6 (1.2)	27.9 (6.1)
	2.korak	7.1 (2.1)	9.2 (3.4)	2 (0.7)	3.8 (2.1)
OV1.5	1.korak	12.7 (4.9)	10.8 (1.3)	4.2 (0.9)	9.6 (0.7)
	2.korak	6.9 (2.4)	8.2 (2.2)	5.2 (3.8)	6.4 (3.6)

4.3. Rezultati stepena konverzije bulk-fill kompozita

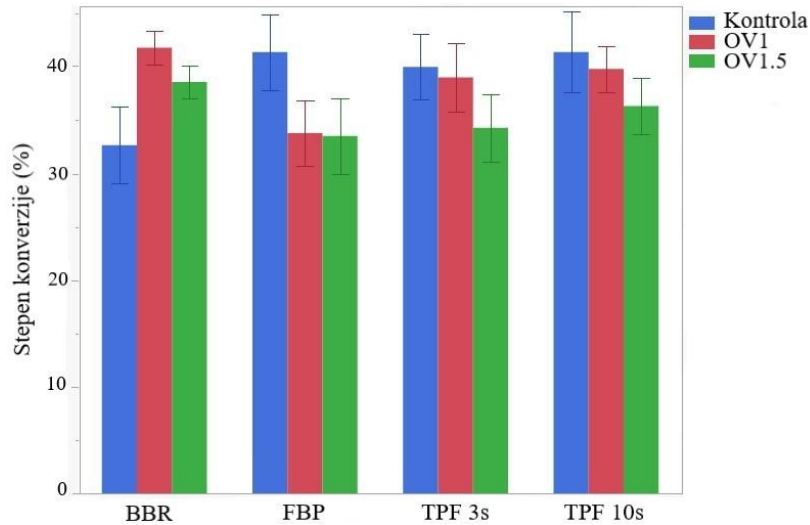
4.3.1. Rezultati stepena konverzije neposredno nakon foto-aktivacije

Srednje vrednosti stepena konverzije neposredno nakon prvog koraka foto-aktivacije prikazane su na Grafikonu 7 i u Tabeli 8. Merenja u ovoj međufazi sprovedena su kako bi se dobio uvid u progresiju reakcije polimerizacije nakon foto-aktivacije optičkim vlaknima.



Grafikon 7. Stepen konverzije (%) sa 95 % intervalom poverenja, neposredno nakon prvog koraka foto-aktivacije u funkciji materijala za eksperimentalne grupe OV1 i OV1.5.

Srednje vrednosti konverzije nakon drugog koraka foto-aktivacije (Grafikon 8.), uključene su u statističku analizu. Analiza varijanse sa jednim faktorom (*eng. One-Way ANOVA*) primenjena je u cilju utvrđivanja uticaja dva protokola foto-aktivacije (konvencionalnog i eksperimentalnog) na konverziju neposredno nakon foto-aktivacije. Analizom je utvrđeno da su srednje vrednosti konverzije statistički značajno niže u sledećim eksperimentalnim podgrupama u odnosu na kontrolne: FBP OV1, FBP OV1.5, TPF3s OV1.5, TPF10s OV1.5.



Grafikon 8. Stepen konverzije (%) sa 95 % intervalom poverenja, neposredno nakon foto-aktivacije u funkciji materijala – kontrolna grupa, OV1 i OV1.5 nakon drugog koraka.

Tabela 8. Stepen konverzije (%) neposredno nakon foto-aktivacije, sa standardnom devijacijom (SD).

Grupa		BBR	FBP	TPF 3s	TPF 10s
Kontrola		32.7 (6.5)	41.4 (6.4)	40 (5.6)	41.4 (6.8)
OV1	1.korak	32 (2.7)	17.6 (5)	18.8 (11.9)	23.9 (10)
	2.korak	41.8 (2.8)	33.8 (5.5)	39 (5.8)	39.8 (3.9)
OV1.5	1.korak	30.3 (4.9)	14.5 (6.1)	23.7 (5.6)	25.2 (4)
	2.korak	38.6 (2.7)	33.5 (6.4)	34.3 (5.7)	36.3 (4.8)

U podgrupama BBR OV1 i BBR OV1.5 srednje vrednosti konverzije bile su statistički značajno više u odnosu na kontrolne, dok u podgrupama TPF3s OV1 i TPF10s OV1 nije bilo statistički značajne razlike u poređenju sa kontrolom.

Sledi pregled rezultata statističke analize prema podgrupi materijala:

Beautiful-bulk Restorative (BBR)

One-way ANOVA: $F(2,42)=16.687$, $p<0.0001$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p<0.0001$), OV1.5 ($p=0.001$)

Filtek Bulk-fill Posterior Restorative (FBP)

One-way ANOVA: $F(2,42)=7.982$, $p=0.001$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p=0.003$), OV1.5 ($p=0.002$)

Tetric PowerFill (TPF 3s)

One-way ANOVA: $F(2,42)=4.302$, $p=0.02$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p=0.856$), OV1.5 ($p=0.017$)

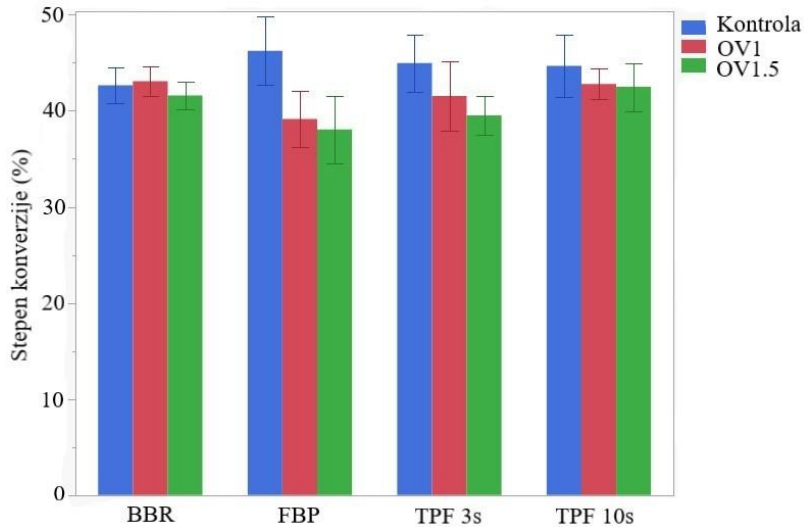
Tetric PowerFill (TPF 10s)

One-way ANOVA: $F(2,42)=3.516$, $p=0.039$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p=0.637$), OV1.5 ($p=0.025$)

4.3.2. Rezultati stepena konverzije 24h nakon foto-aktivacije

Kako bi se ispratila progresija polimerizacije u vremenu i utvrdio konačan uticaj foto-aktivacije na konverziju, merenja su iznova sprovedena na istim uzorcima i tačkama nakon 24 h skladištenja u mraku. Analiza varijanse sa jednim faktorom (*eng. One-Way ANOVA*) primenjena je u cilju utvrđivanja uticaja dva protokola foto-aktivacije (konvencionalnog i eksperimentalnog) na konverziju 24 h nakon foto-aktivacije. Analizom je utvrđeno da su srednje vrednosti konverzije statistički značajno niže u sledećim eksperimentalnim podgrupama materijala u poređenju sa kontrolnim: FBP OV1, FBP OV1.5, TPF3s OV1.5. U ostalim podgrupama nije uočena statistički značajna razlika u odnosu na kontrolne.



Grafikon 9. Stepen konverzije (%) sa 95% intervalom poverenja, 24 h nakon foto-aktivacije u funkciji materijala – sve tri grupe.

Tabela 9. Stepen konverzije (%) 24h nakon foto-aktivacije, sa standardnom devijacijom.

Grupa	BBR	FBP	TPF 3s	TPF 10s
Kontrola	42.7 (3.3)	46.3 (6.5)	45 (5.4)	44.7 (5.9)
OV1	43.1 (2.7)	39.2 (5.3)	41.6 (6.5)	42.8 (2.9)
OV1.5	41.6 (2.6)	38.1 (6.3)	39.5 (3.7)	42.5 (4.5)

Sledi pregled rezultata statističke analize prema podgrupi materijala (u slučajevima gde ANOVA nije pokazala statističku značajnost, post-hoc analiza nije sprovedena):

Beautiful-bulk Restorative (BBR)

One-way ANOVA: $F(2,42)=1.071$, $p=0.352$

Filtek Bulk-fill Posterior Restorative (FBP)

One-way ANOVA: $F(2,42)=8.13$, $p=0.001$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p=0.005$), OV1.5 ($p=0.001$)

Tetric PowerFill (TPF 3s)

One-way ANOVA: $F(2,42)=4.011$, $p=0.025$

Post-hoc Dunnett's test: OV1 ($p=0.149$), OV1.5 ($p=0.015$)

Tetric PowerFill (TPF 10s)

One-way ANOVA: $F(2,42)=0.985$, $p=0.382$

5. DISKUSIJA

5.1. Diskusija rezultata

Predstavljeno istraživanje imalo je za prvi cilj poređenje uticaja konvencionalnog i eksperimentalnog protokola foto-aktivacije, na deformaciju modela zuba kao sekundarnu manifestaciju kontrakcionih napona pri polimerizaciji *bulk-fill* kompozita. S obzirom da su rezultati pokazali značajno nižu deformaciju u obe eksperimentalne grupe (15-35%) u odnosu na kontrolnu grupu kod svih ispitivanih materijala (Tabela 5.), prva nulta hipoteza da ne postoji značajna razlika između deformacije modela pri polimerizaciji *bulk-fill* kompozita indukovanoj različitim protokolima foto-aktivacije je odbijena.

Primena predloženog protokola u dva koraka (1. korak optička vlakna + 2. korak konvencionalni svetlosni vodič) uticala je na manji razvoj kontrakcionih napona pri polimerizaciji (PKN) i pritom manju deformaciju modela po nekoliko osnova: izmena kinetike polimerizacione reakcije, manja promena ukupne temperature (ΔT_i) i niži stepen konverzije neposredno nakon foto-aktivacije u pojedinim podgrupama.

Kinetika polimerizacione reakcije:

Prvenstveno, znajući da je brzina reakcije direktno srazmerna kvadratnom korenu iradijance [57], predajom slabije iradijance materijalu u prvom koraku predloženog protokola posredstvom optičkih vlakana, očekivano je da brzina reakcije bude usporena u poređenju sa kontrolnom grupom. Dokazi ovog usporenja uočeni su indirektno praćenjem deformacije u realnom vremenu, s obzirom da je dostizanje maksimalnih vrednosti pomerenosti u funkciji vremena u obe eksperimentalne grupe u odnosu na kontrolnu (Grafikon 2.). Poznato je da se primenom slabije iradijance na početku foto-aktivacije usporava reakcija i time odlaže vitrifikacija, ostavljajući više vremena materijalu da plastičnom deformacijom (*eng. viscous flow*) kompenzuje polimerizacionu kontrakciju [58]. Većina studija o „soft-start“ (*eng.*) ili pulsno-odloženom protokolu foto-aktivacije, oslanja se na pomenutu strategiju u cilju smanjanja PKN [45,87,89,142,190].

S druge strane, s obzirom da je reakcija polimerizacije egzotermna, smatra se da egzotermni temperaturni porast (ΔT_e) pruža indirektni uvid u kinetiku polimerizacije [189], te da maksimum ΔT_e odgovara tački vitrifikacije [117]. Nasuprot tome, očekivano je da se ukupni temperaturni porast (ΔT_i) uvećava do maksimalnih vrednosti tokom čitave

ekspozicije usled doprinosa toplote zračenja LED uređaja (ΔT_i) [189]. U kontrolnoj grupi, vreme potrebno za dostizanje maksimalnog ΔT_e kretalo se u rasponu 2-8 s (Tabela 7.), što je u skladu sa rezultatima prethodnih studija koje su se bavile ispitivanjem savremenih *bulk-fill* kompozita [109,110,116]. U eksperimentalnim grupama, kinetika reakcije predstavljena je sa ΔT_t u prvom koraku i ΔT_e u drugom koraku eksperimentalnog protokola. Naime, ΔT_e u prvom koraku nije bilo moguće izračunati, budući da iradijacijom posredstvom optičkih vlakana polimerizacija nije završena, te dodatnom ekspozicijom u istim uslovima ne bi bilo moguće odrediti doprinos isključivo ΔT_i . Dakle na osnovu dobijenih rezultata (Tabela 6.), uočava se da je vrednost ΔT_e u drugom koraku u većini podgrupa veća od ΔT_t u prvom koraku (izuzev TPF3s OV1.5 i TPF10s OV1.5 – obeleženo crvenom bojom). Ovakav rezultat ukazuje na dostizanje vitrifikacije pretežno u drugom koraku foto-aktivacije, tj. usporavanje reakcije, što je u skladu sa rezultatima prethodnih studija koje su se bavile ispitivanjem pulsno-odloženog protokola foto-aktivacije [63,190].

Međutim, treba imati u vidu da PKN nije određen ukupnim iznosom kontrakcije, već tek onim delom koji se odigrava pri povećanom modulu elastičnosti, odnosno nakon tačke vitrifikacije [47,54–56]. Shodno tome, efikasnost usporavanja reakcije na smanjenje PKN može biti dovedena u pitanje, pogotovo ako se uzme u obzir da je povećan rizik od nižeg stepena konverzije predajom inicijalno slabije iradijanse materijalu [59,84–86].

Temperaturna promena pri polimerizaciji:

Drugi ključni efekat predložene foto-aktivacije na reakciju polimerizacije odražava manji ukupni temperaturni porast (ΔT_t) u eksperimentalnim grupama u odnosu na kontrolnu (redukcija od 18-54 %) (Tabela 6.). Poređenje uticaja različitih protokola foto-aktivacije na temperaturnu promenu pri polimerizaciji *bulk-fill* kompozita je ujedno bio i drugi cilj istraživanja. Budući da su rezultati pokazali značajno niže vrednosti ΔT_t u obe eksperimentalne grupe kod svih ispitivanih materijala (osim u podgrupi BBR OV1.5), druga nulta hipoteza da ne postoji značajna razlika između temperaturne promene pri polimerizaciji *bulk-fill* kompozita indukovanoj različitim protokolima foto-aktivacije je odbijena.

Naime, manji ΔT_t označava manju termalnu kontrakciju, odnosno skupljanje materijala prilikom hlađenja, što u situaciji kada je dostignut visok modul elastičnosti

(nakon vitrifikacije), dovodi do smanjenja PKN. S obzirom da je u svim eksperimentalnim podgrupama ΔT_i značajno niži u odnosu na kontrolnu grupu, može se pretpostaviti da je manja termalna kontrakcija prevashodno bila odgovorna za smanjeni PKN, tj. deformaciju modela. Izuzetak predstavlja BBR OV1.5 za koju nije dokazan značajno niži ΔT_i , mada je u ovoj podgrupi istovremeno ostvaren i najslabiji učinak predloženog protokola na smanjenje deformacije. Nedavna studija je pokazala da primena pulsno-odložene foto-aktivacije pomenutim mehanizmom dominantno utiče na smanjenje PKN [63]. Manji temperaturni porast primenom modifikovanih protokola foto-aktivacije je očekivan [59,117,190], pošto je predajom inicijalno slabije iradijanske materijalu smanjen broj reaktivnih centara te je samim tim i manje oslobađanje toplote [55].

Stepen konverzije (SK):

Treći uticaj predložene foto-aktivacije na smanjenje PKN, povezan je sa nižom konverzijom neposredno nakon foto-aktivacije u pojedinim podgrupama (Grafikon 8.). S obzirom da kreiranje polimernih lanaca dovodi do zapreminskog skupljanja materijala, direktna spona između konverzije i PKN je očekivana (veći SK – veći PKN i obrnuto) [57]. Shodno tome, inicijalno slabija iradijansa kod tzv. „soft-start“ protokola foto-aktivacije, može uticati na manju konverziju i sledstveno niži PKN [59,84–86]. Međutim, kompleksnost fenomena PKN određena je i drugim faktorima pri njegovoj evoluciji, pre svih povećanjem modula elastičnosti [56]. Stoga, ovakva relacija konverzije i PKN nije uvek prisutna [87,120,141,142], na šta ukazuju i rezultati istraživanja prezentovane doktorske disertacije. Imajući u vidu da je povezivanje monomera u polimer u velikoj meri određeno mogućnošću difuzije molekula [28], može se pretpostaviti da bi uspostavljanje većeg SK pre vitrifikacije istovremeno doprinelo smanjenju PKN uz optimalnu konverziju [55,56]. Ovakva pretpostavka bazirana je činjenici da pri vitrifikaciji dolazi do naglog porasta modula elastičnosti (naknadno napredovanje konverzije značajno povećava PKN) [48], ujedno ograničavajući difuziju molekula. Nakon vitrifikacije povećanje konverzije je moguće, pošto nije isključivo zavisano od mobilnosti molekula već i prisustva zarobljenih slobodnih radikala [45,191].

Poređenje uticaja različitih protokola foto-aktivacije na SK *bulk-fill* kompozita neposredno nakon foto-aktivacije, predstavljalo je treći cilj istraživanja doktorske

disertacije. Kako su u pojedinim eksperimentalnim podgrupama materijala rezultati konverzije bili značajno niži u odnosu na kontrolne, dok u drugim nije bilo značajne razlike ili je konverzija bila značajno veća, treća nulta hipoteza da ne postoji značajna razlika između SK *bulk-fill* kompozita neposredno nakon primene različitih protokola foto-aktivacije, delimično je prihvaćena. S druge strane, kako bi se ispratila progresija polimerizacije u vremenu i utvrdio konačan uticaj foto-aktivacije na konverziju, merenja su ponovljena na istim uzorcima nakon 24 h skladištenja u mraku, čineći četvrti cilj istraživanja. Na osnovu rezultata koji nisu pokazali značajnu razliku između većine eksperimentalnih i kontrolnih podgrupa (izuzev FBP OV1, FBP OV1.5, TPF3s OV1.5 gde je zabeležen niži SK nakon 24h), četvrta nulta hipoteza da ne postoji značajna razlika između SK *bulk-fill* kompozita polimerizovanih različitim protokolima foto-aktivacije, nakon 24 h skladištenja u mraku, delimično je prihvaćena.

Poređenje rezultata između podgrupa *bulk-fill* dentalnih kompozita:

Razlike među eksperimentalnim podgrupama koje su doprinele specifičnom odgovoru materijala na predloženu foto-aktivaciju, uslovljene su prevashodno varijacijama u sastavu materijala (Tabela 2.) i različitom gustom energije koja je predata materijalu (Tabela 4.).

a) *Filtek Bulk-fill Posterior (FBP)* – analizom rezultata deformacije modela (Grafikon 1., Tabela 5.), pre svega se uočava najveći iznos deformacije za FBP u kontrolnoj grupi (13.4 μm). Prateći uputstva proizvođača, preporučena ekspozicija za FBP je bila 20s primenom svetlosti iradijance 1000 mW/cm^2 . Time je ovom materijalu predata najveća gustina energije (20 J/cm^2) među ispitivanim materijalima, što se odrazilo najvećim PKN, prezentovanim kao najveći iznos deformacije. Ovakav rezultat je očekivan, s obzirom da se produženjem ekspozicije pri određenoj iradijansi aktivira veći broj slobodnih radikala (tj. reaktivnih centara) [139], dovodeći do povećanja temperature medijuma, stepena konverzije, zapreminske kontrakcije i modula elastičnosti, te sledstveno većeg PKN [84,140]. Rezultati konverzije (Tabele 8. i 9.) potvrdili su da je predaja najveće gustine energije doprinela najvećem stepenu konverzije među ispitivanim materijalima

(neposredno nakon foto-aktivacije: 41.4 %; nakon 24h: 46.3 %), pri čemu su rezultati u okvirima očekivanih za ovaj materijal [27,192].

S druge strane, rezultati temperaturnih promena (Tabela 6.) ukazuju da je najveći temperaturni porast usled iradijacije LED uređaja (ΔT_i) među ispitivanim materijalima ostvaren u FBP kontrolnoj podgrupi, što je takođe povezano sa dužom ekspozicijom [109]. Međutim, imajući u vidu da je vreme dosezanja maksimalnog ΔT_e (aproksimacija vitrifikacije) bilo u proseku 7.5 s (Tabela 7.), može se pretpostaviti da je produžena ekspozicija prevashodno doprinela razvoju PKN, u skladu sa rezultatima Daugherty i sar. [27]. Dodatna paralelna ispitivanja deformacije modela i konverzije su potrebna kako bi se utvrdilo da li bi skraćenje ekspozicije (npr. za 10 s) značajnije ugrozilo optimalnu konverziju, uz istovremeno smanjenje PKN.

S druge strane posredstvom eksperimentalne foto-aktivacije, FBP kompozitu je predata manja gustina energije u odnosu na kontrolu, što je jedini takav slučaj među ispitivanim materijalima (Tabela 4.). U slučaju predaje gustine energije ispod definisanog minimuma, usled aktivacije nedovoljnog broja slobodnih radikala, dolazi do smanjenja konverzije ugrožavajući fizičko-mehanička svojstva materijala i biokompatibilnost [193,194]. Minimum gustine energije potreban za adekvatnu polimerizaciju razlikuje se među kompozitima i pre svega je određen viskoznošću organske faze [137], pri čemu je uobičajeno da se prati preporuka proizvođača [109].

U skladu sa prethodnim razmatranjima, FBP kompozit je u OV1 i OV1.5 grupama ostvario najniži stepen konverzije, kako nakon prvog koraka foto-aktivacije (Grafikon 7.), tako i neposredno nakon drugog koraka (Grafikon 8.), kao i nakon 24 h (Grafikon 9.). Samim tim je i efekat predloženog protokola na smanjanje ΔT_i u odnosu na kontrolnu grupu bio među najvećim, kao i njegov učinak na smanjenje deformacije modela u FBP OV1 (26%) i FBP OV1.5 (34%) podgrupama, koji je takođe bio među najizraženijim. Manja gustina energije predata u FBP OV1.5 podgrupi u odnosu na FBP OV1, uslovlila je manji PKN.

b) *Beautiful-Bulk Restorative (BBR)* – Prilikom tumačenja rezultata BBR kompozita, pre svega je značajno naglasiti specifičnost njegovog sastava: najveći maseni udeo neorganske komponente (87 %) među ispitivanim materijalima (Tabela 2.).

S obzirom da se povećanjem koncentracije neorganskih čestica povećava razlika u indeksu prelamanja organska/neorganska faza, rasejanje svetlosti kod ovakvih materijala je značajno povećano [9]. Time se smanjuje transmisija svetlosti, što utiče na niži stepen inicijacije polimerizacije, i rezultuje manjim egzotermnim temperaturnim porast i nižim stepenom konverzije [9]. Upravo takav rezultat je zabeležen u istraživanju prezentovane doktorske disertacije: najniži ΔT_i i ΔT_e kod BBR kompozita u kontrolnoj grupi (Tabela 6.), kao i najniži stepen konverzije neposredno nakon foto-aktivacije (32.7 %) i nakon 24 h (42.7 %) među ispitivanim materijalima, što je u skladu sa rezultatima drugih studija [19,22]. Nasuprot tome, veći procenat neorganske faze istovremeno utiče na veći modul elastičnosti [51], te povećanjem krutosti (iako nižeg stepena konverzije) u krajnoj liniji doprinosi povećanom PKN, što je potvrđeno rezultatima deformacije modela (Tabela 5.).

S druge strane, posredstvom eksperimentalne foto-aktivacije zabeležen je najslabiji učinak na smanjenje deformacije u BBR OV1.5 (15%) i BBR OV1 (17%) podgrupama (Tabela 5.), što se podudara sa najmanjim učinkom na smanjenje ΔT_i (Tabela 6.), ali korelira i sa najvećim stepenom konverzije u ovim podgrupama (Tabela 8.), kako nakon prvog koraka (30-32 %) tako i drugog koraka (38-42 %). Razlog ovakvom odgovoru BBR u pogledu konverzije, najverovatnije leži u poznatom mehanizmu usporavanja reakcije i odlaganja vitrifikacije (nagli porast modula elastičnosti), čime je omogućena veća mobilnost molekula monomera i uspostavljanje veće konverzije [56]. Indikacija odložene vitrifikacije, prezentovana je dostizanjem maksimalnog ΔT_e u drugom koraku foto-aktivacije u obe eksperimentalne podgrupe (Tabela 6.). Međutim, iako bi se uspostavljanje visokog stepena konverzije pre vitrifikacije moglo smatrati povoljnim u kontekstu nižeg PKN [55,56,61], prezentovani rezultati nisu potvrdili takvu pretpostavku vrlo verovatno usled inicijalno visokog modula elastičnosti materijala, te je i mali skok konverzije nakon vitrifikacije uticao na značajan porast PKN, tj. deformacije modela.

Najslabiji učinak predložene foto-aktivacije na smanjenje ΔT_i očekivano korespondira sa istovetnim učinkom na smanjenje deformacije modela, s obzirom da je dokazano da veća temperaturna promena tokom drugog koraka foto-aktivacije vodi većoj termalnoj kontrakciji pri povišenom modulu elastičnosti materijala i samim tim većem PKN [63]. Međutim ostaje neobjašnjeno kako visok stepen konverzije nakon prvog koraka foto-aktivacije (Grafikon 7.) nije ujedno izazvao značajniji ΔT_i (u proseku 0.9-1.6⁰ C), što

bi prema Palagummi i sar. [63] uticalo na manji temperaturni porast tokom drugog koraka i time manju termalnu kontrakciju. Na osnovu većeg udela ΔT_i (3.6-3.8⁰C) od ΔT_e (3.1-3.2⁰C) u ΔT_i tokom drugog koraka foto-aktivacije, moguća je pretpostavka da bi izvesno skraćenje ekspozicije (usklađivanjem sa vremenom do maksimalnog ΔT_e (Tabela 7.): ~ 7s) doprinelo manjem PKN.

c) *Tetric PowerFill (TPF)* – u cilju skraćanja ekspozicije (3 s), neophodno je povećanje iradijance svetlosti (do 3000 mW/cm²) kako bi materijalu bila predata odgovarajuća gustina energije za adekvatnu polimerizaciju [138]. Međutim, ujedno dolazi do ubrzanja reakcije i povećanog rizika od razvoja većeg PKN [195,196]. Kako bi se odgovorilo na postavljene izazove, kompozit TPF ispoljava dve osobenosti u sastavu: dodatak modulatora polimerizacione reakcije (β -alil sulfon) i alternativnog foto-inicijatora (derivat germaniuma – Ivocerin[®]).

β -alil sulfon prouzrokuje postepenu polimerizaciju i formiranje kraćih polimernih lanaca (naspram uobičajene lančane polimerizacije i kreiranja dugih lanaca kod konvencionalnih kompozita), čime se formira homogenija polimerna mreža i smanjuje zapreminsko skupljanje [23]. S tim u vezi i u skladu sa drugim studijama na istom materijalu [35,195,197,198], rezultati prezentovanog istraživanja potvrdili su da TPF primenom iradijance 3000 mW/cm² i 3 s ekspozicije nije ispoljio veći PKN, tj. deformaciju modela u odnosu na druge ispitivane materijale u kontrolnoj grupi (Tabela 5.).

S druge strane, derivati germaniuma (npr. Ivocerin[®]) ispoljavaju veću reaktivnost od kamforhinona (CQ), na osnovu intenzivnije apsorpcije fotona vidljivog dela spektra, uz aktivaciju najmanje dva slobodna radikala po apsorbovanom fotonu, naspram jednog koji generiše CQ [26]. Pritom, primenom više-talasnog LED uređaja (*eng. polywave*), uspostavlja se optimalna usklađenost apsorpcionog spektra Ivocerin-a[®] (370-460 nm) sa emisijom spektrom LED uređaja (385-515 nm) [10], obezbeđujući veću transmisiju svetlosti i veći stepen inicijacije polimerizacije, što rezultira većim porastom egzotermne temperature [9,116]. Upravo takav rezultat je zabeležen i u okviru predstavljenog istraživanja, gde je TPF3s u kontrolnoj grupi postigao najveći ΔT_i (Grafikon 3.), pri čemu je dominantan udeo u ΔT_i imao ΔT_e (Tabela 6.), potvrđujući povećanu reaktivnost materijala. Analizom vremena dosezanja maksimalnog ΔT_e (Tabela 7.), uočava se ubrzanje

reakcije u poređenju sa ostalim materijalima, što takođe odgovara rezultatima drugih studija [195,196]. U pogledu ostvarenog stepena konverzije kako pri 3 s tako i 10 s režimu foto-aktivacije (40-45 %), TPF je ostvario ujednačene rezultate sa prethodnim studijama slične eksperimentalne postavke [35,199]. Pri poređenju sa drugim istraživanjima, treba imati u vidu da prezentovani rezultati predstavljaju srednju vrednost konverzije, merene na tri lokacije po uzorku (dno, sredina i vrh proksimalne površine kompozitnog ispuna).

Posmatrajući učinak predložene foto-aktivacije na smanjenje deformacije modela (Tabela 5.), primetan je najveći efekat ostvaren u podgrupama TPF3s OV1.5 (35 %) i TPF10s OV1.5 (32%), što je u samom vrhu gledano u odnosu na sve ispitivane podgrupe materijala. Nasuprot tome, u grupi OV1 učinak je bio nešto slabiji (TPF3s – 22 %, TPF10s – 28 %). Pri analizi ovakvog rezultata, prevashodno je potrebno primetiti analogiju sa srazmernim učinkom foto-aktivacije na smanjenje ΔT_t (Tabela 6.), koji je najizraženiji bio u TPF3s OV1.5 (54 %), prateći isti redosled do najslabijeg u TPF3s OV1 (29 %). Premda je u OV1.5 grupi materijalu predata manja gustina energije u odnosu na OV1 grupu, inicijalno jači impuls LED zračenja u odnosu na OV1 doveo je do ubrzanja reakcije, što je u skladu sa povećanom reaktivnošću materijala primenom više-talasnog zračenja (*eng. polywave*) [195,200]. Ovakvo ubrzanje predstavljeno je većim ΔT_t u prvom koraku foto-aktivacije u odnosu na ΔT_e u drugom koraku (Tabela 6.), ukazujući na značajnije napredovanje reakcije i najverovatnije dostizanje tačke vitrifikacije u ovoj fazi. Sledstveno tome, ΔT_t u drugom koraku OV1.5 grupe je bio značajnije smanjen, dovodeći do manje termalne kontrakcije i time manjeg PKN, što pruža još jedan dokaz tvrdnji Palagummi i sar. o korelaciji termalne kontrakcije i PKN [63].

S druge strane, analizom rezultata konverzije (Tabela 8.) uočava se da je neposredno nakon prvog koraka foto-aktivacije u OV1.5 grupi rezultat bio nešto veći (24-25 %), nego u OV1 grupi (19-24 %). Ovakav nalaz je u skladu sa većim ΔT_t tokom prvog koraka u OV1.5, i objašnjeno je posledičnim ubrzanjem reakcije i povećanom mobilnošću molekula pri većim temperaturama, što dovodi do značajnijeg porasta stepena konverzije [55]. Međutim, praćenjem daljeg razvoja konverzije u vremenu, uočava se nešto veći skok nakon drugog koraka u OV1 grupi (39-40 %), naspram OV1.5 (34-36 %), uslovljavajući značajno manji stepen konverzije u podgrupama TPF10s OV1.5 i TPF3s OV1.5 u odnosu na kontrolne. Na osnovu rezultata prethodnih studija [48,52,84], izvesno je da je niži stepen

konverzije u ovim podgrupama takođe doprineo manjem PKN, odnosno deformaciji modela.

Dalje praćenje evolucije konverzije nakon 24 h, prikazalo je očekivanu tendenciju porasta u OV1 i OV1.5 grupi (Tabela 9.), pri čemu je u TPF3s OV1.5 (uprkos porastu), perzistirao značajno manji stepen konverzije u odnosu na kontrolnu podgrupu. Objašnjenje ovakvom razvoju konverzije kroz vreme, verovatno leži u dostizanju vitrifikacije u kasnijoj fazi reakcije u OV1 grupi (u drugom koraku foto-aktivacije), čime je omogućena veća mobilnost molekula i uspostavljanje veće konverzije u poređenju sa OV1.5 grupom. Na osnovu istog principa, ostvaren je značajniji porast konverzije u TPF10s OV1.5 u odnosu na TPF3s OV1.5. Naime, iako je u oba slučaja vitrifikacija postignuta u prvom koraku foto-aktivacije, vreme dosezanja ΔT_i (Tabela 7.) je kod TPF10s OV1.5 bilo prolongirano (9.6 s) u poređenju sa TPF3s OV1.5 (4.2 s). Pritom je moguće zapitati se, kako rano uspostavljanje vitrifikacije u OV1.5 grupi nije doprinelo većem razvoju PKN, s obzirom na zabeleženo napredovanje stepena konverzije. Međutim, prisustvo modulatora polimerizacione reakcije (β -alil sulfon), očigledno je omogućilo napredovanje konverzije uz smanjenu zapreminsku kontrakciju prema prethodno opisanom mehanizmu.

5.2. Diskusija primenjenih metoda

Uzimajući u obzir nemogućnost direktnog ispitivanja PKN, usled multifaktorijalne prirode koja ga ne čini svojstvom materijala već složenim inženjerskim parametrom [2,47], indirektno ispitivanje merenjem deformacije modela predstavlja uobičajen pristup u ovom polju istraživanja.

Za potrebe predstavljenog istraživanja, modeli zuba sa MOD kavitetom načinjeni su od dentalnog kompozita po ugledu na prethodne studije [35,184,185], kako bi se što je moguće vernije simulirala fizičko-mehanička svojstva zubnog tkiva. Humani zubi zahvaljujući kompleksnoj mikro-strukturi, svakako poseduju superiorna mehanička svojstva u odnosu na bilo koji dentalni materijal [186]. Međutim, odabrani everX Posterior™ (GC, Japan) kao kompozit ojačan staklenim vlaknima, poseduje modul elastičnosti od 12-16 GPa [17,187,188], što ga čini najpribližnijim humanom dentinu među dentalnim kompozitima (zavisno od pozicije u odnosu na zubnu pulpu i stepena mineralizacije, modul elastičnosti dentina se kreće u rasponu od 12-42 GPa [186]).

Izbor holografske interferometrije kao metode ispitivanja deformacije modela usled PKN, zasnovan je na brojnim prethodnim istraživanjima u ovom polju [74,201–203], koja su potvrdila validnost metode. Pritom je digitalna holografska interferometrija (DHI), uvođenjem računara i digitalnog foto-aparata ubrzala eksperimentalni postupak, te DHI danas predstavlja rasprostranjenu metodu ispitivanja u domenu dentalne biomehanike [75,88,97,105–107]. Premda mogućnost beskontaktnog merenja submikronskih promena na površini uzorka u realnom vremenu čini osnovnu prednost i motiv pri izboru DHI, postoje i određena ograničenja metode. Kao i kod većine indirektnih mehaničkih testova, glavni nedostatak predstavlja beleženje deformacije samo u jednoj ravni, dok je razvoj PKN triaksijalan [204]. Međutim, istraživanje ove doktorske disertacije kreirano je sa ciljem uspostavljanja relativnog odnosa (tj. rangiranja) između podgrupa, a ne determinisanja apsolutnih vrednosti deformacije. Stoga je računanje deformacije na osnovu podataka o naprezanju bukalne površine modela, bilo opravdano. S tim u vezi, poređenje deformacije sa rezultatima drugih studija je bilo otežano, pogotovo poznajući brojne činioce PKN koji dodatno sužavaju mogućnost poređenja.

S druge strane, infracrvena termografija (ICT) pruža mogućnost beskontaktnog merenja temperature u realnom vremenu, čineći je vrlo pogodnom metodom za praćenje temperaturnih promena u materijalu i zubnom tkivu kako *in vitro* [108,110,119,123] tako i *in vivo* [124]. Povrh toga, jednostavno manipulisanje infracrvenom (IC) kamerom omogućilo je simultano praćenje mehaničkih i temperaturnih promena posredstvom DHI i ICT, što prema dosadašnjem saznanju predstavlja jedinstvenu eksperimentalnu postavku u polju dentalno-medicinskih nauka. Međutim, treba imati u vidu da je radi dobijanja podataka o temperaturi materijala, proksimalna površina kompozita morala biti ekspanirana sočivu IC kamere, rezultirajući izvesnim toplotnim gubicima preko slobodnih površina materijala [110]. Pritom, IC kamera beleži promenu temperature koja se dešava isključivo na površini uzorka, te je neophodno uparivanje sa termo-električnim termometrom (*eng. thermocouple*) radi dobijanja preciznijih podataka o promeni unutar materijala [110].

Sa ciljem direktnog uvida u hemijsku strukturu materijala, u prezentovanom istraživanju primenjena je Ramanova spektroskopija koja obuhvata još jednu neinvazivnu metodu. Zahvaljujući mogućnosti ispitivanja uzorka u izvornom obliku (bez mrvljenja i

usitnjavanja), Ramanova spektroskopija ostvaruje osnovnu prednost u odnosu na FTIR spektroskopiju, čineći jednu od dve standardne metode pri računanju stepena konverzije [35,36,132,165,205]. Nasuprot tome, ključni nedostatak je nemogućnost merenja u realnom vremenu, usled slabog intenziteta Ramanovog rasejanja koje zahteva duže vreme pri snimanju spektra kako bi se obezbedio dobar signal [132].

S druge strane, pri interpretaciji rezultata treba imati u vidu da na vrednost stepena konverzije utiče i kalup u kom se nalazi uzorak pri merenju [206] (u predstavljenom istraživanju, gipsani modeli zuba su poslužili kao kalup za uzorke *bulk-fill* kompozita). Naime, toplotna provodljivost materijala od kog je izgrađen kalup utiče na toplotne gubitke sa površine uzorka. Pritom je poznat značaj povišene temperature na ubrzanje reakcije i povećanje konverzije, te je osim toplotnog kapaciteta kalupa očekivan doprinos i volumena uzorka (više materijala – veće generisanje toplote) [133], kao i temperature okoline [132]. Takođe, u izvesnoj meri kalup može doprineti i svetlosnoj transmisiji i time podići vrednost konverzije [206,207]. Treba imati u vidu i mogućnost neuniformne (heterogene) spektralne distribucije iradijance na izlazu iz svetlosnog vodiča više-talasnih (*eng. polywave*) LED uređaja, što ugrožava predaju preporučene energije i sledstveno stepen konverzije [174]. Povrh svega, značajan je uticaj i same spektroskopske tehnike snimanja na stepen konverzije [164], te je poređenje rezultata moguće isključivo u okviru iste eksperimentalne metodologije.

Naposletku, neophodno je razmatranje predloženog protokola foto-aktivacije sa kliničkog aspekta. Budući da je poznata tendencija skraćivanja vremena rada sa pacijentom u savremenoj stomatološkoj praksi, primena predložene foto-aktivacije u kliničkim uslovima može da deluje kao zamorna procedura koja produžava vreme rada. Međutim, uzimajući u obzir da uobičajen restaurativni postupak traje od 15-30 min (zavisno od kliničke situacije), dodatnih par minuta za realizaciju predložene foto-aktivacije ne predstavlja značajno prolongiranje terapije, dok je zauzvrat moguće ostvarivanje benefita smanjenog PKN. S druge strane, potrebno je napomenuti da prilikom primene predložene foto-aktivacije mogu nastupiti poteškoće u vidu vezivanja kompozita za optičko vlakno, otežavajući na taj način njegovo izvlačenje iz ispuna. Ovo je moguće prevenirati čišćenjem optičkih vlakana alkoholom (70 % etanol), pri čemu je potrebno sačekati par minuta da se vlakna osuše pre upotrebe.

Dakle, implementacija predloženog protkola foto-aktivacije u kliničku praksu lako je ostvariva jednostavnim povezivanjem optičkih vlakana preko univerzalnog plastičnog nastavka sa svetlosnim vodičem bilo kog LED uređaja. Kako bi kompozitu bila predata gustina energije potrebna za uspostavljanje optimalnog stepena konverzije (uz redukciju PKN), neophodno je pre svega poznavati iradijansu LED uređaja koji u upotrebi, a potom i iradijansu na izlazu iz optičkih vlakana nakon povezivanja sa LED uređajem. Na taj način je jedino moguće odrediti potrebnu ekspoziciju i time postići efikasnu primenu predloženog protkola u kliničkoj praksi. U uslovima u kojima je sprovedeno predstavljeno istraživanje, moguće je dati prednost primeni optičkih vlakana ϕ 1.5 mm u odnosu na ϕ 1 mm, s obzirom na kraću zahtevanu ekspoziciju i jednostavnije popunjavanje većih praznih prostora nakon izvlačenja vlakana iz kompozitnog ispuna.

5.3. Mogućnosti daljih istraživanja

S obzirom da je plasiranje optičkih vlakana unutar kompozitnog ispuna izmenilo konfiguraciju kaviteta i time najverovatnije dodatno uticalo na redukciju PKN, naredno istraživanje bi trebalo da obuhvati ispitivanje uticaja pozicije vlakana na PKN. Naime prema mehanizmu opisanom u prethodnim studijama [79,80], plasiranje instrumenta u geometrijsko središte ispuna eliminiše tzv. „jedinственu tačku napona“ (*eng. singular stress point*) – lokaciju unutar materijala u kojoj je koncentracija napona najveća, i time smanjuje PKN. Međutim, u istraživanju sprovedenom u okviru prezentovane doktorske disertacije, restaurirani kavitet bio je tropovršinski (II klasa po Bleku – MOD), dok su materijal utisnuta dva optička vlakna, predstavljajući značajne razlike u odnosu na prethodne studije. Shodno tome, uticaj same pozicije optičkih vlakana na razvoj PKN neophodno je ispitati, te bi adekvatan pristup bio numerička simulacija distribucije napona primenom analize konačnih elemenata (*eng. finite element analysis*). Takođe, naredni istraživački korak mogao bi da uključi ispitivanje deformacije modela sa vlaknima plasiranim u kompozitni ispun bez sprovođenja svetlosti kroz njih, kako bi se izolovao uticaj same promene konfiguracije kaviteta na PKN.

Praćenje razvoja modula elastičnosti (npr. posredstvom Brillouin spektroskopije) i stepena konverzije u realnom vremenu (npr. posredstvom FTIR spektroskopije), bilo bi poželjno kako bi se utvrdila tačka naglog porasta modula elastičnosti (vitifikacija) u

funkciji konverzije monomera. Na taj način bi se dobile smernice za prilagođavanje gustine predate energije materijalu i postizanje balansa između redukovanog PKN i optimalnog stepena konverzije, čime bi se protokol dodatno približio implementaciji u kliničku praksu.

S druge strane, s obzirom da stepen konverzije predstavlja samo indirektan pokazatelj mehaničkih svojstava materijala, sledeći istraživački korak mogao bi da obuhvati direktno ispitivanje mehaničkih svojstava kompozitne restauracije nakon primene predloženog protokola (npr. testom tvrdoće po Vickersu ili nano-indentacijom).

Povrh prethodno navedenih razmatranja, treba imati u vidu i potencijalno negativan uticaj izvlačenja optičkih vlakana iz kompozitnog ispuna nakon prvog koraka foto-aktivacije na integritet adhezivne veze (zub-kompozit), s obzirom da u ovoj fazi polimerizacija materijala još uvek nije završena. Shodno tome, potrebno je ispitivanje poprečnog preseka uzorka kompozitne restauracije nakon prvog i drugog koraka foto-aktivacije (npr. posredstvom nelinearne optičke mikroskopije), kako bi se utvrdila dubina penetracije adhezivnog sredstva u dentinske tubule i eventualno postojanje mikropukotina na spoju zub-kompozit, i izvršilo poređenje sa uzorkom polimerizovanim konvencionalnim protokolom.

6. ZAKLJUČAK

Na osnovu analize dobijenih rezultata i u okvirima ograničenja sprovedenog istraživanja, izvedeni su sledeći zaključci:

1. Primenom predloženog protokola foto-aktivacije (posredstvom optičkih vlakana kao svetlosnih vodiča utisnutih u središte kompozitnog ispuna u prvom koraku; te posredstvom konvencionalnog svetlosnog vodiča postavljenog iznad ispuna u drugom koraku) ostvarena je redukcija kontrakcionih napona pri polimerizaciji (15-35 %) u poređenju sa konvencionalnim protokolom foto-aktivacije.

2. Ukoliko je kompozitu predata gustina energije iznad minimalno preporučene od strane proizvođača, registrovana redukcija zasnovana je na izmeni kinetike polimerizacione reakcije (usporavanje reakcije) i manjoj temperaturnoj promeni (manja termalna kontrakcija), uz zadržavanje optimalnog stepena konverzije u odnosu na konvencionalni protokol. U suprotnom, optimalan stepen konverzije bio je kompromitovan sledstveno vodeći dodatnoj redukciji napona.

3. Posredstvom predloženog protokola foto-aktivacije, kod *bulk-fill* kompozita velikog masenog udela neorganske komponente (87 %), neposredno nakon foto-aktivacije postignuto je značajno povećanje stepena konverzije u odnosu na konvencionalni protokol. Međutim, ujedno je redukcija napona bila najmanja (15-17 %).

4. Primenom optičkih vlakana većeg dijametra (ϕ 1.5 mm), čitava procedura je vremenski skraćena usled predaje početno veće iradijance materijalu. Međutim, povezivanje navedenih optičkih vlakana sa LED uređajem iradijance 3000 mW/cm², uslovalo je predaju velike iradijance u prvom koraku, što je ubrzalo reakciju i kompromitovalo optimalan stepen konverzije.

5. Povezivanjem optičkih vlakana preko univerzalnog plastičnog nastavka sa svetlosnim vodičem bilo kog LED uređaja, omogućena je jednostavna implementacija predloženog protokola u svakodnevnu kliničku praksu. Prednost je moguće dati primeni optičkih vlakana ϕ 1.5 mm u odnosu na ϕ 1 mm, s obzirom na kraću zahtevanu ekspoziciju i jednostavnije popunjavanje većih praznih prostora nakon izvlačenja vlakana iz kompozitnog ispuna. Za adekvatnu primenu protokola neophodno je poznavanje iradijance na izlazu iz odabranih svetlosnih vodiča.

7. LITERATURA

1. Rueggeberg FA. State-of-the-art : Dental photocuring — A review. *Dent. Mater.* 2011;27:39–52.
2. Soares CJ, Faria-E-Silva AL, Rodrigues M de P, Fernandes Vilela AB, Pfeifer CS, Tantbirojn D, et al. Polymerization shrinkage stress of composite resins and resin cements - What do we need to know? *Braz. Oral Res.* 2017;31:49–63.
3. Ferracane JL. Resin composite - State of the art. *Dent. Mater.* 2011;27:29–38.
4. Schneider LFJ, Cavalcante LM, Silikas N. Shrinkage stresses generated during resin-composite applications: A review. *J. Dent. Biomech.* 2010;1:1–14.
5. Miletic V, editor. *Dental Composite Materials for Direct Restorations*. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer International Publishing; 2018.
6. Gajewski VES, Pfeifer CS, Fróes-Salgado NRG, Boaro LCC, Braga RR. Monomers used in resin composites: Degree of conversion, mechanical properties and water sorption/solubility. *Braz. Dent. J.* 2012;23:508–14.
7. Yadav R, Kumar M. Dental restorative composite materials: A review. *J. Oral Biosci.* 2019;61:78–83.
8. Cramer NB, Stansbury JW, Bowman CN. Recent advances and developments in composite dental restorative materials. *J. Dent. Res.* 2011;90:402–16.
9. Howard B, Wilson ND, Newman SM, Pfeifer CS, Stansbury JW. Relationships between conversion, temperature and optical properties during composite photopolymerization. *Acta Biomater.* 2010;6:2053–9.
10. Scientific documentation 3s PowerCure product system [Internet]. 2019;1–73. Available from: <https://downloadcenter.ivoclar.com/#search-text=3s&details=13431>
11. Rueggeberg FA, Giannini M, Arrais CA, Price RB. Light curing in dentistry and clinical implications : a literature review. *Braz. Oral Res.* 2017;31:64–91.
12. Lainović T. Ispitivanje mehaničkih i površinskih svojstava stomatoloških nanostrukturisanih kompozitnih materijala na bazi smola. 2015;
13. Shortall AC. How light source and product shade influence cure depth for a contemporary composite. *J. Oral Rehabil.* 2005;32:906–11.
14. Cadenaro M, Marchesi G, Antonioli F, Davidson C, De Stefano Dorigo E, Breschi

- L. Flowability of composites is no guarantee for contraction stress reduction. *Dent. Mater.* 2009;25:649–54.
15. Baroudi K, Rodrigues JC. Flowable resin composites: A systematic review and clinical considerations. *J. Clin. Diagnostic Res.* 2015;9:ZE18–24.
 16. Sfeikos T, Dionysopoulos D, Kouros P, Naka O, Tolidis K. Effect of a fiber-reinforcing technique for direct composite restorations of structurally compromised teeth on marginal microleakage. *J. Esthet. Restor. Dent.* 2022;34:650–60.
 17. Jafarnia S, Valanezhad A, Shahabi S, Abe S, Watanabe I. Physical and mechanical characteristics of short fiber-reinforced resin composite in comparison with bulk-fill composites. *J. Oral Sci.* 2021;1–4.
 18. Naoum S, Ellakwa A, Martin F, Swain M. Fluoride release, recharge and mechanical property stability of various fluoride-containing resin composites. *Oper. Dent.* 2011;36:422–32.
 19. Ilie N, Fleming GJP. In vitro comparison of polymerisation kinetics and the micro-mechanical properties of low and high viscosity giomers and RBC materials. *J. Dent.* 2015;43:814–22.
 20. Saku S, Kotake H, Scougall-Vilchis RJ, Ohashi S, Hotta M, Horiuchi S, et al. Antibacterial activity of composite resin with glass-ionomer filler particles. *Dent. Mater. J.* 2010;29:193–8.
 21. Gordan V V., Blaser PK, Watson RE, Mjör IA, McEdward DL, Sensi LG, et al. A clinical evaluation of a giomer restorative system containing surface prereacted glass ionomer filler: Results from a 13-year recall examination. *J. Am. Dent. Assoc.* 2014;145:1036–43.
 22. Yu P, Yap AUJ, Wang XY. Degree of conversion and polymerization shrinkage of bulk-fill resin-based composites. *Oper. Dent.* 2017;42:82–9.
 23. Gorsche C, Griesser M, Gescheidt G, Moszner N, Liska R. β -allyl sulfones as addition-fragmentation chain transfer reagents: A tool for adjusting thermal and mechanical properties of dimethacrylate networks. *Macromolecules* 2014;47:7327–36.
 24. Filtek™ Bulk Fill Posterior Restorative [Internet]. Tech. Prod. Profile 2015;1–24. Available from: <http://multimedia.3m.com/mws/media/1326404O/fbfpr-tp->

global-esp-hr.PDF

25. Bucuta S, Ilie N. Light transmittance and micro-mechanical properties of bulk fill vs. conventional resin based composites. *Clin. Oral Investig.* 2014;18:1991–2000.
26. Moszner N, Fischer UK, Ganster B, Liska R, Rheinberger V. Benzoyl germanium derivatives as novel visible light photoinitiators for dental materials. *Dent. Mater.* 2008;24:901–7.
27. Daugherty MM, Lien W, Mansell MR, Risk DL, Savett DA, Vandewalle KS. Effect of high-intensity curing lights on the polymerization of bulk-fill composites. *Dent. Mater.* 2018;34:1531–41.
28. Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G. Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency. *Dent. Mater.* 2013;29:139–56.
29. Veloso SRM, Lemos CAA, Moraes SLD de, Vasconcelos BC do E, Pellizzer EP, Monteiro GQ de M. Clinical performance of bulk-fill and conventional resin composite restorations in posterior teeth : a systematic review and meta-analysis. *Clin. Oral Investig.* 2019;23:221–33.
30. Yazici AR, Kutuk ZB, Ergin E, Karahan S, Antonson SA. Six-year clinical evaluation of bulk-fill and nanofill resin composite restorations. *Clin. Oral Investig.* 2022;26:417–26.
31. Rizzante FAP, Duque JA, Duarte MAH, Mondelli RFL, Mendonça G, Ishikiriama SK. Polymerization shrinkage, microhardness and depth of cure of bulk fill resin composites. *Dent. Mater. J.* 2019;38:403–10.
32. Tarle Z, Attin T, Marovic D, Andermatt L, Ristic M, Tauböck TT. Influence of irradiation time on subsurface degree of conversion and microhardness of high-viscosity bulk-fill resin composites. *Clin. Oral Investig.* 2015;19:831–40.
33. Leprince JG, Palin WM, Vanacker J, Sabbagh J, Devaux J, Leloup G. Physico-mechanical characteristics of commercially available bulk-fill composites. *J. Dent.* 2014;42:993–1000.
34. Rosatto CMP, Bicalho AA, Veríssimo C, Bragança GF, Rodrigues MP, Tantbirojn D, et al. Mechanical properties, shrinkage stress, cuspal strain and fracture resistance of molars restored with bulk-fill composites and incremental filling technique. *J.*

- Dent. 2015;43:1519–28.
35. Hayashi J, Tagami J, Chan D, Sadr A. New bulk-fill composite system with high irradiance light polymerization: Integrity and degree of conversion. *Dent. Mater.* 2020;36:1615–23.
 36. Par M, Gamulin O, Marovic D, Klaric E, Tarle Z. Raman spectroscopic assessment of degree of conversion of bulk-fill resin composites-changes at 24 hours post cure. *Oper. Dent.* 2015;40:E92–101.
 37. Par M, Marovic D, Attin T, Tarle Z, Tauböck TT. The effect of rapid high-intensity light-curing on micromechanical properties of bulk-fill and conventional resin composites. *Sci. Rep.* 2020;10:1–10.
 38. Rizzante FAP, Mondelli RFL, Furuse AY, Borges AFS, Mendonça G, Ishikiriama SK. Shrinkage stress and elastic modulus assessment of bulk-fill composites. *J. Appl. Oral Sci.* 2019;27:e20180132.
 39. Xu T, Li X, Wang H, Zheng G, Yu G, Wang H, et al. Polymerization shrinkage kinetics and degree of conversion of resin composites. *J. Oral Sci.* 2020;62:275–80.
 40. Lovell LG, Berchtold KA, Elliott JE, Lu H, Bowman CN. Understanding the kinetics and network formation of dimethacrylate dental resins. *Polym. Adv. Technol.* 2001;12:335–45.
 41. Lovell LG, Newman SM, Bowman CN. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J. Dent. Res.* 1999;78:1469–76.
 42. Kim RJY, Kim YJ, Choi NS, Lee IB. Polymerization shrinkage, modulus, and shrinkage stress related to tooth-restoration interfacial debonding in bulk-fill composites. *J. Dent.* 2015;43:430–9.
 43. Ersen KA, Gürbüz Ö, Özcan M. Evaluation of polymerization shrinkage of bulk-fill resin composites using microcomputed tomography. *Clin. Oral Investig.* 2020;24:1687–93.
 44. Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. *Dent. Mater.* 2005;21:1150–7.
 45. Truffier-Boutry D, Demoustier-Champagne S, Devaux J, Biebuyck JJ, Mestdagh M, Larbanois P, et al. A physico-chemical explanation of the post-polymerization

- shrinkage in dental resins. *Dent. Mater.* 2006;22:405–12.
46. Ferracane JL. Developing a more complete understanding of stresses produced in dental composites during polymerization. *Dent. Mater.* 2005;21:36–42.
 47. Tantbirojn D, Pfeifer CS, Braga RR, Versluis A. Do low-shrink composites reduce polymerization shrinkage effects? *J. Dent. Res.* 2011;90:596–601.
 48. Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: A systematic review. *Dent. Mater.* 2005;21:962–70.
 49. Dewaele M, Truffier-Boutry D, Devaux J, Leloup G. Volume contraction in photocured dental resins: The shrinkage-conversion relationship revisited. *Dent. Mater.* 2006;22:359–65.
 50. Gonçalves F, Pfeifer CCS, Stansbury JW, Newman SM, Braga RR. Influence of matrix composition on polymerization stress development of experimental composites. *Dent. Mater.* 2010;26:697–703.
 51. Gonçalves F, Kawano Y, Braga RR. Contraction stress related to composite inorganic content. *Dent. Mater.* 2010;26:704–9.
 52. Gonçalves F, Pfeifer CS, Ferracane JL, Braga RR. Contraction Stress Determinants in Dimethacrylate Composites. *J. Dent. Res.* 2008;87:367–71.
 53. Gonçalves F, Azevedo CLN, Ferracane JL, Braga RR. BisGMA/TEGDMA ratio and filler content effects on shrinkage stress. *Dent. Mater.* 2011;27:520–6.
 54. Boaro LCC, Goncalves F, Guimaraes TC, Ferracane JL, Versluis A, Braga RR. Polymerization stress, shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites. *Dent. Mater.* 2010;26:1144–50.
 55. Stansbury JW. Dimethacrylate network formation and polymer property evolution as determined by the selection of monomers and curing conditions. *Dent. Mater.* 2012;28:13–22.
 56. Abu-Elenain DA, Lewis SH, Stansbury JW. Property evolution during vitrification of dimethacrylate photopolymer networks. *Dent. Mater.* 2013;29:1173–81.
 57. Braga RR, Ferracane JL. Contraction Stress Related to Degree of Conversion and Reaction Kinetics. *J. Dent. Res.* 2002;81:114–8.
 58. Pfeifer CS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Braga RR. Factors affecting

- photopolymerization stress in dental composites. *J. Dent. Res.* 2008;87:1043–7.
59. Lu H, Stansbury JW, Bowman CN. Impact of Curing Protocol on Conversion and Shrinkage Stress. *J. Dent. Res.* 2005;84:822–6.
 60. Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J. Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. *Dent. Mater.* 2005;21:56–67.
 61. Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF, Giudici R. Polymerization Kinetics of Pre-heated Composite. *J. Dent. Res.* 2006;85:38–43.
 62. Takenaka K. Negative thermal expansion materials: Technological key for control of thermal expansion. *Sci. Technol. Adv. Mater.* 2012;13:1–11.
 63. Palagummi SV, Hong T, Jiang L, Chiang MYM. Thermal shrinkage reveals the feasibility of pulse-delay photocuring technique. *Dent. Mater.* 2021;37:1772–82.
 64. Braga RR, Boaro LCC, Kuroe T, Azevedo CLN, Singer JM. Influence of cavity dimensions and their derivatives (volume and “C” factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations. *Dent. Mater.* 2006;22:818–23.
 65. Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Setting Stress in Composite Resin in Relation to Configuration of the Restoration. *J. Dent. Res.* 1987;66:1636–9.
 66. Wang Z, Chiang MYM. Correlation between polymerization shrinkage stress and C-factor depends upon cavity compliance. *Dent. Mater.* 2016;32:343–52.
 67. Demarco FF, Collares K, Correa MB, Cenci MS, Moraes RR de, Opdam NJ. Should my composite restorations last forever? Why are they failing? *Braz. Oral Res.* 2017;31:92–9.
 68. Ferracane JL, Hilton TJ. Polymerization stress - Is it clinically meaningful? *Dent. Mater.* 2016;32:1–10.
 69. Ferracane JL, Mitchem JC. Relationship between composite contraction stress and leakage in Class V cavities. *Am. J. Dent.* 2003;16:239–43.
 70. Kim JH, Cho J, Lee Y, Cho BH. The survival of class v composite restorations and analysis of marginal discoloration. *Oper. Dent.* 2017;42:E93–101.
 71. Pazinato FB, Gionordoli Neto R, Wang L, Mondelli J, Mondelli RFL, Navarro MF de L. 56-month clinical performance of Class I and II resin composite restorations.

- J. Appl. Oral Sci. 2012;20:323–8.
72. Cenci MS, Pereira-Cenci T, Cury JA, Ten Cate JM. Relationship between gap size and dentine secondary caries formation assessed in a microcosm biofilm model. *Caries Res.* 2009;43:97–102.
 73. Nedeljkovic I, Teughels W, De Munck J, Van Meerbeek B, Van Landuyt KL. Is secondary caries with composites a material-based problem? *Dent. Mater.* 2015;31:e247–77.
 74. Pantelić D, Blažić L, Savić-Šević S, Murić B, Vasiljević D, Panić B, et al. Holographic measurement of dental tissue contraction and stress, due to postpolymerization reaction. *Acta Phys. Pol. A* 2007;112:1157–60.
 75. Novta E, Lainović T, Grujić D, Pantelić D, Blažić L. Cuspal deflection caused by dental composite polymerization shrinkage analyzed by digital holography. *Vojnosanit. Pregl.* 2021;Online Fir.
 76. Oliveira LRS, Braga SSL, Bicalho AA, Ribeiro MTH, Price RB, Soares CJ. Molar cusp deformation evaluated by micro-CT and enamel crack formation to compare incremental and bulk-filling techniques. *J. Dent.* 2018;74:71–8.
 77. Heintze S, Rousson V. Clinical Effectiveness of Direct Class II Restorations – A Meta-Analysis. *J. Adhes. Dent.* 2012;14:407–31.
 78. Park J, Chang J, Ferracane J, Lee IB. How should composite be layered to reduce shrinkage stress: Incremental or bulk filling? *Dent. Mater.* 2008;24:1501–5.
 79. Petrovic LM, Drobac MR, Stojanac IL, Atanackovic TM. A method of improving marginal adaptation by elimination of singular stress point in composite restorations during resin photo-polymerization. *Dent. Mater.* 2010;26:449–55.
 80. Sarcev IN, Petronijevic BS, Atanackovic TM. A biomechanical model for a new incremental technique for tooth restoration. *Acta Bioeng. Biomech.* 2012;14:85–91.
 81. Weißgraeber P, Leguillon D, Becker W. A review of Finite Fracture Mechanics: crack initiation at singular and non-singular stress raisers. *Arch. Appl. Mech.* 2016;86:375–401.
 82. Ausiello P, Apicella A, Davidson CL. Effect of adhesive layer properties on stress distribution in composite restorations - A 3D finite element analysis. *Dent. Mater.* 2002;18:295–303.

83. Choi KK, Condon JR, Ferracane JL. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. *J. Dent. Res.* 2000;79:812–7.
84. Dewaele M, Asmussen E, Peutzfeldt A, Munksgaard EC, Benetti AR, Finné G, et al. Influence of curing protocol on selected properties of light-curing polymers: Degree of conversion, volume contraction, elastic modulus, and glass transition temperature. *Dent. Mater.* 2009;25:1576–84.
85. Feitosa VP, Fugolin APP, Correr AB, Correr-Sobrinho L, Consani S, Watson TF, et al. Effects of different photo-polymerization protocols on resin–dentine mTBS, mechanical properties and cross-link density of a nano-filled resin composite. *J. Dent.* 2012;40:802–9.
86. Oliveira KMC, Lancellotti ACRA, Ccahuana-Vásquez RA, Consani S. Shrinkage stress and degree of conversion of a dental composite submitted to different photoactivation protocols. *Acta Odontol. Latinoam.* 2012;25:115–22.
87. Ilie N, Jelen E, Hickel R. Is the soft-start polymerisation concept still relevant for modern curing units? *Clin. Oral Investig.* 2011;15:21–9.
88. Novta E, Lainović T, Grujić D, Savić-Šević S, Toth E, Cvejić Ž, et al. Internal photo-activation of a dental composite using optical fibers: a holographic, thermographic and Raman study. *Opt. Quantum Electron.* 2022;54:1–18.
89. Tauböck TT, Feilzer AJ, Buchalla W, Kleverlaan CJ, Krejci I, Attin T. Effect of modulated photo-activation on polymerization shrinkage behavior of dental restorative resin composites. *Eur. J. Oral Sci.* 2014;122:293–302.
90. Tauböck TT, Tarle Z, Marovic D, Attin T. Pre-heating of high-viscosity bulk-fill resin composites: Effects on shrinkage force and monomer conversion. *J. Dent.* 2015;43:1358–64.
91. Watts DC, Alnazzawi A. Temperature-dependent polymerization shrinkage stress kinetics of resin-composites. *Dent. Mater.* 2014;30:654–60.
92. Kwon S jung, Park YJ, Jun S ho, Ahn J soo, Lee I bog, Cho B hoon, et al. Thermal irritation of teeth during dental treatment procedures. *Restor. Dent. Endod.* 2013;38:105.
93. Chesterman J, Jowett A, Gallacher A, Nixon P. Bulk-fill resin-based composite restorative materials: A review. *Br. Dent. J.* 2017;222:337–44.

94. Ausiello P, Ciaramella S, Garcia-Godoy F, Martorelli M, Sorrentino R, Gloria A. Stress distribution of bulk-fill resin composite in class II restorations. *Am. J. Dent.* 2017;30:227–32.
95. Kantardžić I, Vasiljević D, Lužanin O, Maravić T, Blažić L. Influence of the restorative procedure factors on stress values in premolar with MOD cavity: a finite element study. *Med. Biol. Eng. Comput.* 2018;56:1875–86.
96. Sakaguchi RL, Versluis A, Douglas WH. Analysis of strain gage method for measurement of post-gel shrinkage in resin composites. *Dent. Mater.* 1997;13:233–9.
97. Pantelić D V., Grujić DŽ, Vasiljević DM. Single-beam, dual-view digital holographic interferometry for biomechanical strain measurements of biological objects. *J. Biomed. Opt.* 2014;19:127005-1–10.
98. Novaes JB, Talma E, Las Casas EB, Aregawi W, Kolstad LW, Mantell S, et al. Can pulpal floor debonding be detected from occlusal surface displacement in composite restorations? *Dent. Mater.* 2018;34:161–9.
99. Behery H, El-Mowafy O, El-Badrawy W, Saleh B, Nabih S. Cuspal Deflection of Premolars Restored with Bulk-Fill Composite Resins. *J. Esthet. Restor. Dent.* 2016;28:122–30.
100. Watts DC, Marouf AS, Al-Hindi AM. Photo-polymerization shrinkage-stress kinetics in resin-composites: Methods development. *Dent. Mater.* 2003;19:1–11.
101. Gross AJ, Herrmann TRW. History of lasers. *World J. Urol.* 2007;25:217–20.
102. Dimitrova TL, Weis A. The wave-particle duality of light: A demonstration experiment. *Am. J. Phys.* 2008;76:137–42.
103. Young JM, Altschuler BR. Laser holography in dentistry. *J. Prosthet. Dent.* 1977;38:216–25.
104. Paturzo M, Pagliarulo V, Bianco V, Memmolo P, Miccio L, Merola F, et al. Digital Holography, a metrological tool for quantitative analysis: Trends and future applications. *Opt. Lasers Eng.* 2018;104:32–47.
105. Campos LMP, Parra DF, Vasconcelos MR, Vaz M, Monteiro J. DH and ESPI laser interferometry applied to the restoration shrinkage assessment. *Radiat. Phys. Chem.* 2014;94:190–3.

106. Frausto-Rea G, De la Torre-Ibarra MH, Muñoz-Huerta RF, Casillas FJ. Mechanical test study in composites using digital holographic interferometry and optical coherence tomography simultaneously. *Appl. Opt.* 2020;59:857–65.
107. Xia H, Picart P, Montresor S, Guo R, Li JC, Yusuf Solieman O, et al. Mechanical behavior of CAD/CAM occlusal ceramic reconstruction assessed by digital color holography. *Dent. Mater.* 2018;34:1222–34.
108. Al-Qudah AA, Mitchell CA, Biagioni PA, Hussey DL. Effect of composite shade, increment thickness and curing light on temperature rise during photocuring. *J. Dent.* 2007;35:238–45.
109. Par M, Repusic I, Skenderovic H, Milat O, Spajic J, Tarle Z. The effects of extended curing time and radiant energy on microhardness and temperature rise of conventional and bulk-fill resin composites. *Clin. Oral Investig.* 2019;23:3777–88.
110. Kim M jung, Kim RJ young, Ferracane J, Lee I bog. Thermographic analysis of the effect of composite type , layering method , and curing light on the temperature rise of photo-cured composites in tooth cavities. *Dent. Mater.* 2017;33:e373–83.
111. Leprince J, Devaux J, Mullier T, Vreven J, Leloup G. Pulpal-temperature rise and polymerization efficiency of LED curing lights. *Oper. Dent.* 2010;35:220–30.
112. Lin M, Xu F, Lu TJ, Bai BF. A review of heat transfer in human tooth-Experimental characterization and mathematical modeling. *Dent. Mater.* 2010;26:501–13.
113. Uhl A, Mills RW, Jandt KD. Polymerization and light-induced heat of dental composites cured with LED and halogen technology. *Biomaterials* 2003;24:1809–20.
114. Kim RJY, Son SA, Hwang JY, Lee IB, Seo DG. Comparison of photopolymerization temperature increases in internal and external positions of composite and tooth cavities in real time: Incremental fillings of microhybrid composite vs. bulk filling of bulk fill composite. *J. Dent.* 2015;43:1093–8.
115. Jakubinek MB, O'Neill C, Felix C, Price RB, White MA. Temperature excursions at the pulp-dentin junction during the curing of light-activated dental restorations. *Dent. Mater.* 2008;24:1468–76.
116. Wang WJ, Grymak A, Waddell JN, Choi JJE. The effect of light curing intensity on bulk-fill composite resins: heat generation and chemomechanical properties.

- Biomater. Investig. Dent. 2021;8:137–51.
117. Atai M, Motevasselian F. Temperature rise and degree of photopolymerization conversion of nanocomposites and conventional dental composites. *Clin. Oral Investig.* 2009;13:309–16.
 118. Lange J, Ekelöf R, George GA. Indications of micro-vitrification during chainwise cross-linking polymerisation. *Polymer (Guildf).* 1999;40:3595–8.
 119. Chang H sang, Cho K jeong, Park S jung, Lee B na, Hwang Y chan, Oh W mann, et al. Thermal analysis of bulk filled composite resin polymerization using various light curing modes according to the curing depth and approximation to the cavity wall. *J. Appl. Oral Sci.* 2013;21:293–9.
 120. Emami N, Söderholm KJM. Influence of light-curing procedures and photo-initiator/co-initiator composition on the degree of conversion of light-curing resins. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 2005;16:47–52.
 121. Usamentiaga R, Venegas P, Guerediaga J, Vega L, Molleda J, Bulnes FG. Infrared thermography for temperature measurement and non-destructive testing. *Sensors (Switzerland)* 2014;14:12305–48.
 122. Hori M, Fujimoto K, Asakura M, Nagase Y, Mieki A, Kawai T. Measurement of exothermic heat released during polymerization of a light- curing composite resin : Comparison of light irradiation modes. *Dent. Mater. J.* 2019;38:646–53.
 123. Al-Qudah AA, Mitchell CA, Biagioni PA, Hussey DL. Thermographic investigation of contemporary resin-containing dental materials. *J. Dent.* 2005;33:593–602.
 124. Hussey DL, Biagioni PA, Lamey PJ. Thermographic measurement of temperature change during resin composite polymerization in vivo. *J. Dent.* 1995;23:267–71.
 125. Arikawa H, Kanie T, Fujii K, Takahashi H, Ban S. Effect of Filler Properties in Composite Resins on Light Transmittance Characteristics and Color. *Dent. Mater. J.* 2007;26:38–44.
 126. Emami N, Sjödahl M, Söderholm KJM. How filler properties, filler fraction, sample thickness and light source affect light attenuation in particulate filled resin composites. *Dent. Mater.* 2005;21:721–30.
 127. Fujita K, Ikemi T, Nishiyama N. Effects of particle size of silica filler on polymerization conversion in a light-curing resin composite. *Dent. Mater.*

- 2011;27:1079–85.
128. Musanje L, Ferracane JL, Sakaguchi RL. Determination of the optimal photoinitiator concentration in dental composites based on essential material properties. *Dent. Mater.* 2009;25:994–1000.
 129. Leprince JG, Hadis M, Shortall AC, Ferracane JL, Devaux J, Leloup G, et al. Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in filled and unfilled photoactive resins. *Dent. Mater.* 2011;27:157–64.
 130. Musanje L, Darvell BW. Curing-light attenuation in filled-resin restorative materials. *Dent. Mater.* 2006;22:804–17.
 131. Palin WM, Leprince JG, Hadis MA. Shining a light on high volume photocurable materials. *Dent. Mater.* 2018;34:695–710.
 132. Par M, Gamulin O, Marovic D, Klaric E, Tarle Z. Effect of temperature on post-cure polymerization of bulk-fill composites. *J. Dent.* 2014;42:1255–60.
 133. Price RB, Whalen JM, Price TB, Felix CM, Fahey J. The effect of specimen temperature on the polymerization of a resin-composite. *Dent. Mater.* 2011;27:983–9.
 134. Lindberg A, Peutzfeldt A, van Dijken JWV. Effect of power density of curing unit, exposure duration, and light guide distance on composite depth of cure. *Clin. Oral Investig.* 2005;9:71–6.
 135. Kirkpatrick SJ. A primer on radiometry. *Dent. Mater.* 2005;21:21–6.
 136. Selig D, Haenel T, Hausnerová B, Moeginger B, Labrie D, Sullivan B, et al. Examining exposure reciprocity in a resin based composite using high irradiance levels and real-time degree of conversion values. *Dent. Mater.* 2015;31:583–93.
 137. Palagummi SV, Hong T, Wang Z, Moon CK, Chiang MYM. Resin viscosity determines the condition for a valid exposure reciprocity law in dental composites. *Dent. Mater.* 2020;36:310–9.
 138. Hadis M, Leprince JG, Shortall AC, Devaux J, Leloup G, Palin WM. High irradiance curing and anomalies of exposure reciprocity law in resin-based materials. *J. Dent.* 2011;39:549–57.
 139. Musanje L, Darvell BW. Polymerization of resin composite restorative materials: Exposure reciprocity. *Dent. Mater.* 2003;19:531–41.

140. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin Composite Properties and Energy Density of Light Cure. *J. Dent. Res.* 2005;84:659–62.
141. Cunha LG, Alonso RCB, Pfeifer CSC, Correr-Sobrinho L, Ferracane JL, Sinhoreti MAC. Contraction stress and physical properties development of a resin-based composite irradiated using modulated curing methods at two C-factor levels. *Dent. Mater.* 2008;24:392–8.
142. Tarle Z, Knezevic A, Demoli N, Meniga A, Sutalo J, Unterbrink G, et al. Comparison of composite curing parameters: Effects of light source and curing mode on conversion, temperature rise and polymerization shrinkage. *Oper. Dent.* 2006;31:219–26.
143. Meyer GR, Ernst CP, Willershausen B. Decrease in power output of new light-emitting diode (LED) curing devices with increasing distance to filling surface. *J. Adhes. Dent.* 2002;4:197–204.
144. Caldas D, Almeida J, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti M, Consani S. Influence of Curing Tip Distance on Resin Composite Knoop Hardness Number, Using Three Different Light Curing Units. *Oper. Dent.* 2003;28:315–20.
145. Li J, Li H, Fok ASL, Watts DC. Multiple correlations of material parameters of light-cured dental composites. *Dent. Mater.* 2009;25:829–36.
146. Lovell LG, Newman SM, Donaldson MM, Bowman CN. The effect of light intensity on double bond conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. *Dent. Mater.* 2003;19:458–65.
147. Leprince J, Levêque P, Nysten B, Gallez B, Devaux J, Leloup G. New insight into the " depth of cure " of dimethacrylate-based dental composites. *Dent. Mater.* 2012;28:512–20.
148. Asmussen E, Peutzfeldt A. Two-step curing: Influence on conversion and softening of a dental polymer. *Dent. Mater.* 2003;19:466–70.
149. Van Landuyt KL, Nawrot T, Geebelen B, De Munck J, Snauwaert J, Yoshihara K, et al. How much do resin-based dental materials release? A meta-analytical approach. *Dent. Mater.* 2011;27:723–47.
150. Putzeys E, Nys S De, Cokic SM, Duca RC, Vanoirbeek J, Godderis L, et al. Long-term elution of monomers from resin-based dental composites. *Dent. Mater.*

- 2019;35:477–85.
151. Durner J, Obermaier J, Draenert M, Ilie N. Correlation of the degree of conversion with the amount of elutable substances in nano-hybrid dental composites. *Dent. Mater.* 2012;28:1146–53.
 152. Lempel E, Czibulya Z, Kunsági-Máté S, Szalma J, Sümegi B, Böddi K. Quantification of conversion degree and monomer elution from dental composite using HPLC and micro-Raman spectroscopy. *Chromatographia* 2014;77:1137–44.
 153. Pongprueksa P, De Munck J, Duca RC, Poels K, Covaci A, Hoet P, et al. Monomer elution in relation to degree of conversion for different types of composite. *J. Dent.* 2015;43:1448–55.
 154. Rothmund L, Reichl FX, Hickel R, Styllou P, Styllou M, Kehe K, et al. Effect of layer thickness on the elution of bulk-fill composite components. *Dent. Mater.* 2017;33:54–62.
 155. Cebe MA, Cebe F, Cengiz MF, Cetin AR, Arpag OF, Ozturk B. Elution of monomer from different bulk fill dental composite resins. *Dent. Mater.* 2015;31:e141–9.
 156. Brambilla E, Gagliani M, Ionescu A, Fadini L, García-Godoy F. The influence of light-curing time on the bacterial colonization of resin composite surfaces. *Dent. Mater.* 2009;25:1067–72.
 157. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent. Mater.* 2006;22:211–22.
 158. Pfeifer CS, Shelton ZR, Braga RR, Windmoller D, Machado JC, Stansbury JW. Characterization of dimethacrylate polymeric networks : A study of the crosslinked structure formed by monomers used in dental composites. *Eur. Polym. J.* 2011;47:162–70.
 159. Drummond JL. Degradation, fatigue, and failure of resin dental composite materials. *J. Dent. Res.* 2008;87:710–9.
 160. Soares LES, Nahorny S, Martin AA. FT-Raman Spectroscopy Study of Organic Matrix Degradation in Nanofilled Resin Composite. *Microsc. Microanal.* 2013;19:327–34.
 161. Khan AS, Khalid H, Sarfraz Z, Khan M, Iqbal J, Muhammad N, et al. Vibrational spectroscopy of selective dental restorative materials. *Appl. Spectrosc. Rev.*

- 2017;52:507–40.
162. Singh KS, Majik MS, Tilvi S. Vibrational Spectroscopy for Structural Characterization of Bioactive Compounds. In: *Comprehensive Analytical Chemistry*. Elsevier B.V.; 2014. page 115–48.
 163. Alshali RZ, Silikas N, Satterthwaite JD. Degree of conversion of bulk-fill compared to conventional resin-composites at two time intervals. *Dent. Mater.* 2013;29:e213–7.
 164. Bolaños-Carmona V, Benavides-Reyes C, González-López S, González-Rodríguez P, Alvarez-Lloret P. Influence of spectroscopic techniques on the estimation of the degree of conversion of bulk-fill composites. *Oper. Dent.* 2020;45:92–103.
 165. Özcan C, Lestriez P, Berry-Kromer V, Thiebaud F, Sockalingum GD, Untereiner V, et al. Misinterpretation of ISO 4049 standard recommendations: Impact on Young's modulus and conversion degree of dental composites. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 2020;110:103947.
 166. Bouschlicher M, Rueggeberg F, Wilson B. Correlation of Bottom-to-Top Surface Microhardness and Conversion Ratios for a Variety of Resin Composite Compositions. *Oper. Dent.* 2004;29:698–704.
 167. Stansbury JW. Curing Dental Resins and Composites by Photopolymerization. *J. Esthet. Restor. Dent.* 2000;12:300–8.
 168. Main C, Cummings A, Moseley H, Stephen KW, Gillespie FC. An assessment of new dental ultraviolet sources and u.v.-polymerized fissure sealants. *J. Oral Rehabil.* 1983;10:215–27.
 169. Shortall AC, Price RB, Mackenzie L, Burke FJT. Guidelines for the selection, use, and maintenance of LED light-curing units - Part 1. *Br. Dent. J.* 2016;221:453–60.
 170. Jandt KD, Mills RW. A brief history of LED photopolymerization. *Dent. Mater.* 2013;29:605–17.
 171. Nitta K. Effect of light guide tip diameter of LED-light curing unit on polymerization of light-cured composites. *Dent. Mater.* 2005;21:217–23.
 172. Uhl A, Sigusch BW, Jandt KD. Second generation LEDs for the polymerization of oral biomaterials. *Dent. Mater.* 2004;20:80–7.
 173. Gomes M, De Vito-Moraes A, Francci C, Moraes R, Pereira T, Froes-Salgado N, et

- al. Temperature increase at the light guide tip of 15 contemporary LED units and thermal variation at the pulpal floor of cavities: An infrared thermographic analysis. *Oper. Dent.* 2013;38:324–33.
174. Price RBT, Labrie D, Rueggeberg FA, Felix CM. Irradiance differences in the violet (405 nm) and blue (460 nm) spectral ranges among dental light-curing units. *J. Esthet. Restor. Dent.* 2010;22:363–77.
175. Gambling WA. The rise and rise of optical fibers. *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.* 2000;6:1084–93.
176. Zubia J, Arrue J. Plastic optical fibers: An introduction to their technological processes and applications. *Opt. Fiber Technol.* 2001;7:101–40.
177. Roriz P, Carvalho L, Frazão O, Santos JL, Simões JA. From conventional sensors to fibre optic sensors for strain and force measurements in biomechanics applications: A review. *J. Biomech.* 2014;47:1251–61.
178. Galvão MR, Caldas SGFR, Bagnato VS, Rastelli AN de S, Andrade MF de. Evaluation of degree of conversion and hardness of dental composites photo-activated with different light guide tips. *Eur. J. Dent.* 2013;7:86–93.
179. Price RBT, Rueggeberg FA, Labrie D, Felix CM. Irradiance uniformity and distribution from dental light curing units. *J. Esthet. Restor. Dent.* 2010;22:86–101.
180. Messai O. *The Industrial Ethernet and Arduino Board based Solution for controlling systems.* 2016;
181. Ramachandran S, Nicholson JW, Ghalmi S, Yan MF, Wisk P, Monberg E, et al. Light propagation with ultralarge modal areas in optical fibers. *Opt. Lett.* 2006;31:1797.
182. Yu N, Genevet P, Kats MA, Aieta F, Tetienne JP, Capasso F, et al. Light propagation with phase discontinuities: Generalized laws of reflection and refraction. *Science (80-.).* 2011;334:333–7.
183. Oglakci B, Kazak M, Donmez N, Dalkilic EE, Koymen SS. The use of a liner under different bulk-fill resin composites: 3D GAP formation analysis by x-ray micro-computed tomography. *J. Appl. Oral Sci.* 2020;28:1–9.
184. Pantelić D, Vasiljević D, Blažić L, Savić-Šević S, Murić B, Nikolić M. Biomechanical model produced from light-activated dental composite resins: A

- holographic analysis. *Phys. Scr.* 2013;T157:014021.
185. Pantelić D, Savić-Šević S, Vasiljević D, Murić B, Blažić L, Nikolić M, et al. Holographic measurement of a tooth model and dental composite contraction. *Mater. Manuf. Process.* 2009;24:1142–6.
 186. Zhang YR, Du W, Zhou XD, Yu HY. Review of research on the mechanical properties of the human tooth. *Int. J. Oral Sci.* 2014;6:61–9.
 187. Papadogiannis D, Tolidis K, Gerasimou P, Lakes R, Papadogiannis Y. Viscoelastic properties, creep behavior and degree of conversion of bulk fill composite resins. *Dent. Mater.* 2015;31:1533–41.
 188. Lassila L, Garoushi S, Vallittu PK, Sääilynoja E. Mechanical properties of fiber reinforced restorative composite with two distinguished fiber length distribution. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 2016;60:331–8.
 189. Wang Z, Landis FA, Giuseppetti AAM, Lin-Gibson S, Chiang MYM. Simultaneous measurement of polymerization stress and curing kinetics for photo-polymerized composites with high filler contents. *Dent. Mater.* 2014;30:1316–24.
 190. Sousa G dos S, Guimarães GF, Marcelino E, Rodokas JEP, Júnior AJ de O, Cesarino I, et al. Shrinkage stress and temperature variation in resin composites cured via different photoactivation methods: Insights for standardisation of the photopolymerisation. *Polymers (Basel)*. 2021;13:1–14.
 191. Leprince JG, Lamblin G, Devaux J, Dewaele M, Mestdagh M, Palin WM, et al. Irradiation modes' impact on radical entrapment in photoactive resins. *J. Dent. Res.* 2010;89:1494–8.
 192. Lempel E, Czibulya Z, Kovács B, Szalma J, Tóth Á, Kunsági-Máté S, et al. Degree of conversion and BisGMA, TEGDMA, UDMA Elution from flowable bulk fill composites. *Int. J. Mol. Sci.* 2016;17:1–13.
 193. Miletic V, Pongprueksa P, De Munck J, Brooks NR, Van Meerbeek B. Curing characteristics of flowable and sculptable bulk-fill composites. *Clin. Oral Investig.* 2017;21:1201–12.
 194. Calheiros FC, Kawano Y, Stansbury JW, Braga RR. Influence of radiant exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composites. *Dent. Mater.* 2006;22:799–803.

195. Par M, Burrer P, Prskalo K, Schmid S, Schubiger A, Marovic D, et al. Polymerization Kinetics and Development of Polymerization Shrinkage Stress in Rapid High-Intensity Light-Curing. *Polymers (Basel)*. 2022;14:1–16.
196. Par M, Marovic D, Attin T, Tarle Z, Tauböck TT. Effect of rapid high-intensity light-curing on polymerization shrinkage properties of conventional and bulk-fill composites. *J. Dent.* 2020;101:103448.
197. Algamaiah H, Silikas N, Watts DC. Polymerization shrinkage and shrinkage stress development in ultra-rapid photo-polymerized bulk fill resin composites. *Dent. Mater.* 2021;37:559–67.
198. Par M, Spanovic N, Marovic D, Attin T, Tarle Z, Tauböck TT. Rapid high-intensity light-curing of bulk-fill composites: A quantitative analysis of marginal integrity: Marginal integrity of rapid-cured composites. *J. Dent.* 2021;111.
199. Lempel E, Szebeni D, Óri Z, Kiss T, Szalma J, Lovász BV, et al. The effect of high-irradiance rapid polymerization on degree of conversion, monomer elution, polymerization shrinkage and porosity of bulk-fill resin composites. *Dent. Mater.* 2023;1–12.
200. Algamaiah H, Silikas N, Watts DC. Conversion kinetics of rapid photo-polymerized resin composites. *Dent. Mater.* 2020;36:1266–74.
201. Pantelić D, Blažić L, Savić-Šević S, Panić B. Holographic detection of a tooth structure deformation after dental filling polymerization. *J. Biomed. Opt.* 2007;12:024026 1-7.
202. Blažić L, Pantelić D, Savić-Šević S, Murić B, Belić I, Panić B. Modulated photoactivation of composite restoration: Measurement of cuspal movement using holographic interferometry. *Lasers Med. Sci.* 2011;26:179–86.
203. Pantelić D, Blažić L, Savić-Šević S, Murić B, Vasiljević D, Panić B, et al. Real-time measurement of internal stress of dental tissue using holography. *Opt. Express* 2007;15:6823–30.
204. Laughlin GA, Williams JL, Eick JD. The influence of system compliance and sample geometry on composite polymerization shrinkage stress. *J. Biomed. Mater. Res.* 2002;63:671–8.
205. Marovic D, Par M, Crnadak A, Sekelja A, Negovetic Mandic V, Gamulin O, et al.

Rapid 3 s curing: What happens in deep layers of new bulk-fill composites? *Materials (Basel)*. 2021;14:1–17.

206. Price RB, Rueggeberg FA, Harlow J, Sullivan B. Effect of mold type, diameter, and uncured composite removal method on depth of cure. *Clin. Oral Investig.* 2016;20:1699–707.
207. Singla MG, Relhan N, Viridi I. Comparative Evaluation of Depth of Cure of Three High Viscosity Bulk Fill Composites versus Conventional Composite: An In Vitro Study. *Int. J. Clin. Prev. Dent.* 2018;14:145–51.

План третмана података

Назив пројекта/истраживања
Утицај светлосних водича на својства полимеризационе реакције денталних композитних материјала
Назив институције/институција у оквиру којих се спроводи истраживање
а) Клиника за стоматологију Војводине б) Институт за физику, Универзитет у Београду в) Департман за физику, Природно-математички факултет, Универзитет у Новом Саду
Назив програма у оквиру ког се реализује истраживање
Докторске академске студије, Клиничка истраживања, Медицински факултет, Универзитет у Новом Саду
1. Опис података
<p>1.1 Врста студије</p> <p><i>Укратко описати тип студије у оквиру које се подаци прикупљају</i></p> <p>Експериментални рад на моделима зубног кавитета, у циљу испитивања новог протокола фото-активације <i>bulk-fill</i> денталних композита, праћењем различитих својстава полимеризационе реакције</p> <p>1.2 Врсте података</p> <p>а) квантитативни б) квалитативни</p> <p>1.3. Начин прикупљања података</p> <p>а) анкете, упитници, тестови б) клиничке процене, медицински записи, електронски здравствени записи в) генотипови: навести врсту _____ г) административни подаци: навести врсту _____ д) узорци ткива: навести врсту _____ ђ) снимци, фотографије: навести врсту _____ е) текст, навести врсту _____ ж) мапа, навести врсту _____</p> <p>з) остало: експериментална испитивања</p> <ul style="list-style-type: none">- запис холографског интерферограма посредством дигиталог фото-апарата, те његова нумеричка реконструкција на рачунару ради добијања података о деформацији модела- запис термограма посредством инфрацрвене камере, те њихова накнадна анализа на рачунару ради добијања података о промени температуре у функцији времена- запис Рамановог спектра посредством Рамановог спектрометра, те читавање интензитета одговарајућих спектралних линија ради рачунања степена конверзије

1.3 Формат података, употребљене скале, количина података

1.3.1 Употребљени софтвер и формат датотеке:

- a) Excel фајл, датотека _____
- b) SPSS фајл, датотека _____
- c) PDF фајл, датотека _____
- d) Текст фајл, датотека _____
- e) JPG фајл, датотека _____

f) **Остало**

- Обрада података добијених методом дигиталне холографске интерферометрије:

софтвер писан у C++ програмском језику, датотеке .jpg, .cwo и .bmp

- Обрада података добијених методом инфрацрвене термографије:

FLIR Tools, датотека .seq

SciDAVis, датотека .txt

- Обрада података добијених методом Раманове спектроскопије:

OMNIC, датотека .csv

- Статистичка обрада података:

JMP, датотека .xlsx

1.3.2. Број записа (код квантитативних података)

a) број варијабли **Велики број варијабли**

б) број мерења (испитаника, процена, снимака и сл.)

- мерење деформације модела зуба – **15 узорака** (по подгрупи *bulk-fill* композита)

- мерење температурне промене композита –

5 узорака са 3 мерне тачке на сваком узорку (по подгрупи *bulk-fill* композита)

- мерење степена конверзије композита непосредно након фото-активације –

5 узорака са 3 мерне тачке на сваком узорку (по подгрупи *bulk-fill* композита)

- мерење степена конверзије композита 24 h након фото-активације –

5 узорака са 3 мерне тачке на сваком узорку (по подгрупи *bulk-fill* композита)

1.3.3. Поновљена мерења

a) да

б) не

Уколико је одговор да, одговорити на следећа питања:

a) временски размак између поновљених мера је **24 сата**

б) варијабле које се више пута мере односе се на **степен конверзије**

в) нове верзије фајлова који садрже поновљена мерења су именоване као **СК_24h**

Напомене: _____

Да ли формати и софтвер омогућавају дељење и дугорочну валидност података?

А) Да

б) Не

Ако је одговор не, образложити

2. Прикупљање података

2.1 Методологија за прикупљање/генерисање података

2.1.1. У оквиру ког истраживачког нацрта су подаци прикупљени?

а) **експеримент** – Експерименти на моделима зубног кавитета:

- мерење деформације модела у реалном времену
- мерење температурне промене *bulk-fill* композита у реалном времену
- мерење степена конверзије мономера у полимер *bulk-fill* композита

б) корелационо истраживање, навести тип _____

ц) анализа текста, навести тип _____

д) остало, навести шта _____

2.1.2 Навести врсте мерних инструмената или стандарде података специфичних за одређену научну дисциплину (ако постоје).

- Дигитална холографска интерферометрија: ласер (Coherent® Verdi V5, 532 nm, 5 W, 5MHz) и дигитални фото-апарат (Canon® EOS50d, 15.1 megapixels, 4752 x 3168 image size)
- Инфрацрвена термографија: инфрацрвена камера (FLIR®, A65)
- Раманова спектроскопија: Раманов спектрометар са микроскопом (Thermo Scientific™ DXR™; објектив увећања 10 x).

2.2 Квалитет података и стандарди

2.2.1. Третман недостајућих података

а) Да ли матрица садржи недостајуће податке? Да **Не**

Ако је одговор да, одговорити на следећа питања:

а) Колики је број недостајућих података? _____

б) Да ли се кориснику матрице препоручује замена недостајућих података? Да Не

в) Ако је одговор да, навести сугестије за третман замене недостајућих података

2.2.2. На који начин је контролисан квалитет података? Описати

Квалитет податак контролисан је применом различитих статистичких метода и поређењем са литературним подацима.

2.2.3. На који начин је извршена контрола уноса података у матрицу?

Поређењем добијених података са литературним подацима.

3. Третман података и пратећа документација

3.1. Третман и чување података

3.1.1. Подаци ће бити депоновани у репозиторијуму докторских дисертација Универзитета у Новом Саду.

3.1.2. URL адреса <https://cris.uns.ac.rs/searchDissertations.jsf>

3.1.3. DOI

3.1.4. Да ли ће подаци бити у отвореном приступу?

а) Да

б) Да, али после ембарга који ће трајати до _____

в) Не

Ако је одговор не, навести разлог _____

3.1.5. Подаци неће бити депоновани у репозиторијум, али ће бити чувани.

Образложење

3.2 Метаподаци и документација података

3.2.1. Који стандард за метаподатке ће бити примењен?

3.2.1. Навести метаподатке на основу којих су подаци депоновани у репозиторијум.

Ако је потребно, навести методе које се користе за преузимање података, аналитичке и процедуралне информације, њихово кодирање, детаљне описе варијабли, записа итд.

3.3 Стратегија и стандарди за чување података

3.3.1. До ког периода ће подаци бити чувани у репозиторијуму? **Трајно**

3.3.2. Да ли ће подаци бити депоновани под шифром? Да **Не**

3.3.3. Да ли ће шифра бити доступна одређеном кругу истраживача? Да **Не**

3.3.4. Да ли се подаци морају уклонити из отвореног приступа после извесног времена?
Да **Не**

Образложити

4. Безбедност података и заштита поверљивих информација

Овај одељак МОРА бити попуњен ако ваши подаци укључују личне податке који се односе на учеснике у истраживању. За друга истраживања треба такође размотрити заштиту и сигурност података.

4.1 Формални стандарди за сигурност информација/података

Истраживачи који спроводе испитивања с људима морају да се придржавају Закона о заштити података о личности

(https://www.paragraf.rs/propisi/zakon_o_zastiti_podataka_o_licnosti.html) и одговарајућег институционалног кодекса о академском интегритету.

4.1.2. Да ли је истраживање одобрено од стране етичке комисије? Да **Не**

Ако је одговор Да, навести датум и назив етичке комисије која је одобрила истраживање

- Етички одбор Клинике за стоматологију Војводине:

број: 01-21/8-2021; датум: 09.04.2021.

- Комисија за етичност клиничких испитивања Медицинског факултета у Новом Саду:

број: 01-39/32/1; датум: 15.04.2021.

4.1.2. Да ли подаци укључују личне податке учесника у истраживању? Да **Не**

Ако је одговор да, наведите на који начин сте осигурали поверљивост и сигурност информација везаних за испитанике:

а) Подаци нису у отвореном приступу

б) Подаци су анонимизирани

ц) Остало, навести шта

5. Доступност података

5.1. Подаци ће бити

а) јавно доступни

б) доступни само уском кругу истраживача у одређеној научној области

ц) затворени

Ако су подаци доступни само уском кругу истраживача, навести под којим условима могу да их користе:

Ако су подаци доступни само уском кругу истраживача, навести на који начин могу приступити подацима:

*5.4. Навести лиценцу под којом ће прикупљени подаци бити архивирани.
Ауторство-некомерцијално-без прераде.*

6. Улоге и одговорност

6.1. Навести име и презиме и мејл адресу власника (аутора) података

Евгеније Новта,
evgenije.novta@mf.uns.ac.rs

6.2. Навести име и презиме и мејл адресу особе која одржава матрицу с подацима

Евгеније Новта,
evgenije.novta@mf.uns.ac.rs

6.3. Навести име и презиме и мејл адресу особе која омогућује приступ подацима другим истраживачима

Евгеније Новта,
evgenije.novta@mf.uns.ac.rs