

Mikrogeometria powierzchni prawdopodobnie ma znaczący wpływ na wzrost nowego nerwu. Wpływ taki był obserwowany przez Bellamkomdę [2], który stwierdził, że jeśli uszkodzony nerw zostanie umieszczony w żelu agarowym wypełnionym włóknami nylonowymi, to proces wzrostu przebiega głównie na włóknach. Rezultatem naszych badań są więc także rurki (kable) z wieloma kanalikami o średnicy kilkudziesięciu mikronów, równoległymi do osi rurki. Prezentowane badania są wstępne i wymagają dalszej pracy. Właściwości mechaniczne otrzymanych rurek są wystarczająco dobre, tzn. rurki są bardzo giętkie i elastyczne. Zszywanie i klejenie nie powoduje ich rozrywania. Wytrzymałość rurek na rozciąganie, niezależnie od grubości ścianki, jest podobna (RYS.2). Wydłużenie przy zerwaniu dla wszystkich rurek wynosi ok. 50%.

Piśmiennictwo

- [1] P. Weiss *Biomaterials* **19** (1998) 1919-1924
 [2] R.V. Bellamkomda *Biomaterials* **27** (2006) 3515-3518 (and references cited therein)

References

BADANIA UWALNIANIA FLUORU ZE STAŁYCH WYPEŁNIEŃ STOMATOLOGICZNYCH

JOANNA MYSTKOWSKA*, JAN R. DĄBROWSKI*,
 GRAŻYNA MARCZUK-KOLADA*, ELŻBIETA ŁUCZAJ-CEPOWICZ**

*POLITECHNIKA BIAŁOSTOCKA, WYDZIAŁ MECHANICZNY, BIAŁYSTOK,
 **AKADEMIA MEDYCZNA, ZAKŁAD STOMATOLOGII DZIECIĘCEJ,
 BIAŁYSTOK,
 JOASIA@PB.BIALYSTOK.PL

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań uwalniania fluoru, chropowatości powierzchni i aktywności antybakteryjnej wypełnień stomatologicznych. Badaniom poddano dwa handlowe materiały: cement szkłoionomerowy Fuji IX i kompozyt modyfikowany polikwasem Dyract AP. Uwalnianie jonów fluorkowych mierzono metodą potencjometrii bezpośredniej. Aktywność antybakteryjną oceniano przy wykorzystaniu procesu dyfuzji w podłożu agarowym. Analizowano topografię powierzchni materiałów przy pomocy elektronowego mikroskopu skaningowego.

Słowa kluczowe: materiały stomatologiczne, uwalnianie fluoru, chropowatość, aktywność przeciwbakteryjna

[*Inżynieria Biomateriałów, 58-60,(2006),166-169*]

Wprowadzenie

Wśród wielu wymagań stawianych materiałom na stałe wypełnienia stomatologiczne ważną cechą jest przeciwdziałanie procesom próchnicowym. W tym odniesieniu ważną rolę spełnia fluor. Jego głównym zadaniem jest remineralizacja szkliwa oraz zębiny [1]. Liczne badania wskazują, że fluor może być także inhibitorem kariogennego działania

It was assumed that differences in surface microgeometry influence nerve growing process. Recently it was observed by Bellamkomda [2] that if the regenerating nerve is placed in agarose gel filled with nylon fibers, the growing process occurs on the surface of the fiber. Therefore, we elaborated a method for polymer cables with very thin channels along the mandrel. The results, however, are preliminary and further research has to be done. Mechanical properties of the tubes are reasonably good, i.e. they show very high flexibility and elasticity. They can be both sutured or glued without break. Strength of the tubes is practically independent on the wall thickness which means the uniform microstructure in all cases (FIG.2). The elongation at break for all tubes is around 50%.

FLUORIDE RELEASE FROM DENTAL MATERIALS

JOANNA MYSTKOWSKA*, JAN R. DĄBROWSKI*,
 GRAŻYNA MARCZUK-KOLADA*, ELŻBIETA ŁUCZAJ-CEPOWICZ**

*BIAŁYSTOK TECHNICAL UNIVERSITY, FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING, BIAŁYSTOK
 **MEDICAL UNIVERSITY OF BIAŁYSTOK, DEPARTMENT OF DENTAL PROSTHETICS, BIAŁYSTOK
 JOASIA@PB.BIALYSTOK.PL

Abstract

This work present results of research of fluoride release, surface roughness and antibacterial activity of dental materials. Two commercial restorative materials were investigated: glassionomer cement Fuji IX and polyacid-modified composite resin Dyract AP. Fluoride release was measured using direct potentiometry method. The antibacterial activity was evaluated with agar diffusion test. The topography of materials surface was observed using electron scanning microscope.

Keywords: dental materials, fluoride release, surface roughness, antibacterial activity
 [*Engineering of Biomaterials, 58-60,(2006),166-169*]

Introduction

Among a lot desirable requirements of materials for dental fillings, significant quality is anticariogenic effect. Fluoride ions play key role in this process. The main task of fluoride is dental and enamel remineralisation [1]. Numerous researches show that fluoride can also be an inhibitor of cariogenic effect of microorganisms. The influence of fluoride for anticariogenic effect is especially characteristic in case of applying of glassionomer and compomer materi-

drobnoustrojów. Jego wpływ na efekt przeciwnocny jest charakterystyczny szczególnie w przypadku stosowania materiałów glass-jonomerowych i kompozytowych. Materiały te cechują się sporymi ilościami uwalniania jonów fluorokowych [2-4]. Zmniejsza to ryzyko powstawania próchnicy w tkankach bezpośrednio przylegających do wypełnienia. Przeprowadza się liczne badania właściwości antibakteryjnyh polegające na określeniu strefy zahamowania wzrostu bakterii na podłożu agarowym [5,6]. Jednocześnie proces uwalniania fluoru zmienia strukturę materiału. Określa się więc właściwości fizykochemiczne, mechaniczne i analizuje powierzchnię materiału [7,8].

Celem pracy była ocena wpływu uwalniania jonów fluorokowych na chropowatość i strukturę powierzchni oraz aktywność antibakteryjną wypełnień stomatologicznych.

Materiał i metody badań

W niniejszej pracy badaniom poddano dwa handlowe materiały na stałe wypełnienia stomatologiczne. Należały do nich: cement szkłojonomerowy - Fuji IX uwalnający fluor ze szkła wapieniowo-glińno-fluoro-krzemowego i kompozyt - Dyract AP zawierający szkło strontowo-fluoro-krzemowe i fluorek strontu.

W pierwszym etapie badań oceniano uwalnianie jonów fluorokowych z wybranych materiałów. Próbkę utwardzono w specjalnie przygotowanych formach o wymiarach 13,5mmX1mm. Po wypolerowaniu klimatyzowano je przez 24 h w temp 37°C. Następnie zostały umieszczone w roztworze buforu fosforanowego o pH=6,8 w naczyniach polietylenowych i cały czas klimatyzowane w temperaturze 37°C. Do oznaczania zawartości jonów fluorokowych uwalnianych z badanych materiałów użyto metodę potencjometrii bezpośrednio z kombinowaną elektrodą fluorokową firmy ORION. Badania przeprowadzono po 1,4,7,14,30 i 60 dniach przetrzymywania próbek w roztworze kontaktowym. Każdorazowo do badań brano po 3 roztwory z próbkami danego materiału. Do analizowanych roztworów przed badaniem dodawano buforu TISAB. Stabilizowało to pH roztworu oraz eliminowało wpływ jonów obcych podczas badania. Po badaniach emisji jonów fluorokowych oceniano chropowatość próbek przy użyciu profilografometru Talysurf 10. Obserwacje struktury analizowanych materiałów realizowane były za pomocą mikroskopu skaningowego Hitachi S 3000N.

W dalszych badaniach przeprowadzono ocenę aktywności antibakteryjnej badanych materiałów. Próbkę do tej oceny przygotowano w warunkach aseptycznych przy wykorzystaniu półkolistych foremek o średnicy 9mm. Do badań mikrobiologicznych wykorzystano zaadaptowaną metodę dyfuzji na podłożu agarowym, stosowaną do oceny aktywności antybiotyków. W ocenie użyto standardowe szczepy bakteryjne. Po upływie 24 godzin mierzono w mm strefy zahamowania wzrostu bakterii testowych. Brak hamowania wzrostu określano, tak jak w pracy Vermeersch [6] wielkością średnicy próbki, czyli w naszym przypadku 9mm.

Wyniki badań i dyskusja

Wyniki badań uwalniania fluoru obrazuje RYS. a. Przedstawiono je w postaci zależności ilości uwolnionego fluoru z 1 mm² powierzchni próbek wypełnień w funkcji czasu. Uzyskane wyniki potwierdziły wyraźne tendencje uwalniania jonów fluorokowych przez handlowe materiały stosowane na stałe wypełnienia stomatologiczne. Zarówno cement szkłojonomerowy - Fuji IX, jak i kompozyt - Dyract AP wykazują kumulatywny wzrost ilości fluoru w roztworze. Badania ujawniły, iż najwyższy poziom emisji fluoru do roztworu w

als. These materials release much more fluoride ions than others [2-4]. It decreases the risk of caries forming in tissues direct adjacement to the filling material. Numerous investigations of antibacterial properties in which determine the zone of bacterium growth using agar base are evaluated [5,6]. This fluoride release may change the material structure. So mechanical, physicochemical properties and analyse of material surface are described [7,8].

The main aim of this work was determination of the influence of fluoride release on surface roughness, material structure and antibacterial activity of filling materials.

Materials and research methods

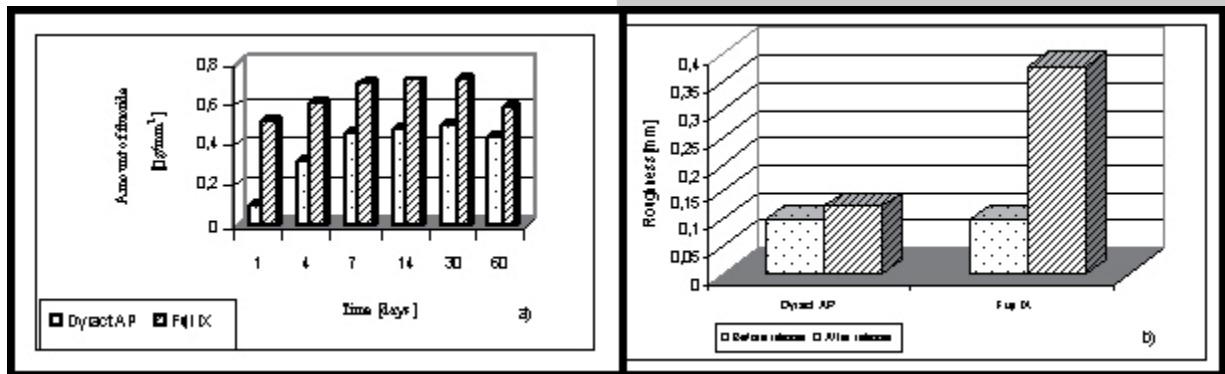
In this paper, tests were performed on two commercial restorative materials. The materials include: glassionomer cement Fuji IX release fluoride from Ca-Al-F-silicate glass fillers and polyacid-modified composite resin Dyract AP contain Sr-F-silicate glass and strontium fluoride.

The first stage of the work consisted of determine of fluoride release from selected materials. The specimens were hardened in special forms with dimensions 13,5mmX1mm. After polish they were conditioned for 24 h at temp. 37°C. Next, they were put in to polyethylene vessels with phosphate buffer solution with pH=6,8 and were all the time conditioned at temp. 37°C. For the purpose of determination of the content of fluoride ions released from the examined materials, method of direct potentiometry with combined fluoride electrode, manufactured by Orion, was used. The tests were performed after 1,4,7,14,30 and 60 days of keeping the samples in agent solution. Each time 3 solutions with samples of given material were used. Before analyse to each test solution the TISAB buffer was added. It stabilize the pH solution and eliminate the influence of other ions during measure. After fluoride release measures the surfaces roughness of the samples was examined using Talysurf 10 appliance. The surface of tested materials were observed using scanning microscope Hitachi S 3000N.

In the next stage, the antibacterial activity of examined materials was determined. Samples were prepared in aseptic conditions using half-round plates with 9mm dimension. Microbiological tests were defined using agar diffusion testing, apply to determine the antibiotic active. In tests, popular bacterial strain were evaluated. After 24 h, the diameters in mm of the growth-inhibition zones of test bacterias were measured. No inhibition zone was determine as in Vermeersch [6] work using sample dimension, in our case 9mm.

Results and discussion

FIGURE 1a presents fluoride ions emission. The relationship between cumulative fluoride released from 1 mm² of sample surface and time of release is presented. The results confirm visibly tendency of fluoride release from commercial restorative materials. Both glassionomer cement-Fuji IX and compomer - Dyract AP show cumulative amount of fluoride in analysed solutions. Tests show that the highest amount of released to solution fluoride ions from both materials begins in the 7th day. Similarly as at work of Hattab [7], the amount of released fluoride stabilize after 7 day of research. Solution with sample of Fuji IX filling characterise the higher amount of fluoride ions. About 0,7 µg of fluoride ions released from 1mm² of sample surface. Slightly less amount of fluoride (0,5µg/mm²) was released from compomer surface. The differences in fluoride release rate are the consequence of diverse chemical composition of both materials and other release mechanisms. From glassionomer fluoride ions are liberate from the glass particles. Compomer clearly release



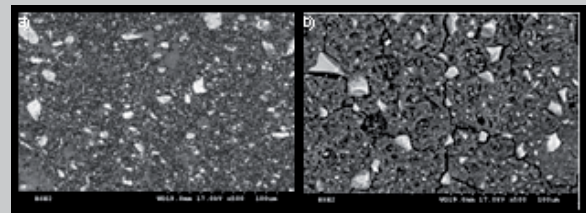
RYS.1. Wyniki pomiarów uwalniania fluoru (a) i chropowatości powierzchni (b).
FIG.1. Amount of fluoride release (a) and surface roughness (b).

przypadku obu materiałów następował w 7 dniu badania. Następowala jednocześnie stabilizacja jego poziomu w roztworze, podobnie jak w pracy Hattaba i wsp.[7] Roztwór z próbką wypełnienia Fuji IX charakteryzował się wyższym poziomem ilości jonów fluorkowych. Z 1 mm² powierzchni próbki uwalniało się około 0,7 µg jonów fluoru. Nieco mniejsza ilość została uwolniona z kompomeru i wynosiła 0,5µg/mm². Różnice w poziomie uwalniania fluoru wynikają z odmiennego składu chemicznego obu materiałów, a jednocześnie innymi mechanizmami jego uwalniania. Z cementu szkłojonomerowego fluor uwalniany był na drodze dyfuzji z cząsteczek szkła⁴. Kompomer natomiast uwalniał wolniej fluor z uwagi na zachodzący proces wiązania żywicy i słabszą reakcję kwas-zasada. Po miesiącu przetrzymywania próbek obu materiałów nastąpił spadek ilości fluoru w roztworze.

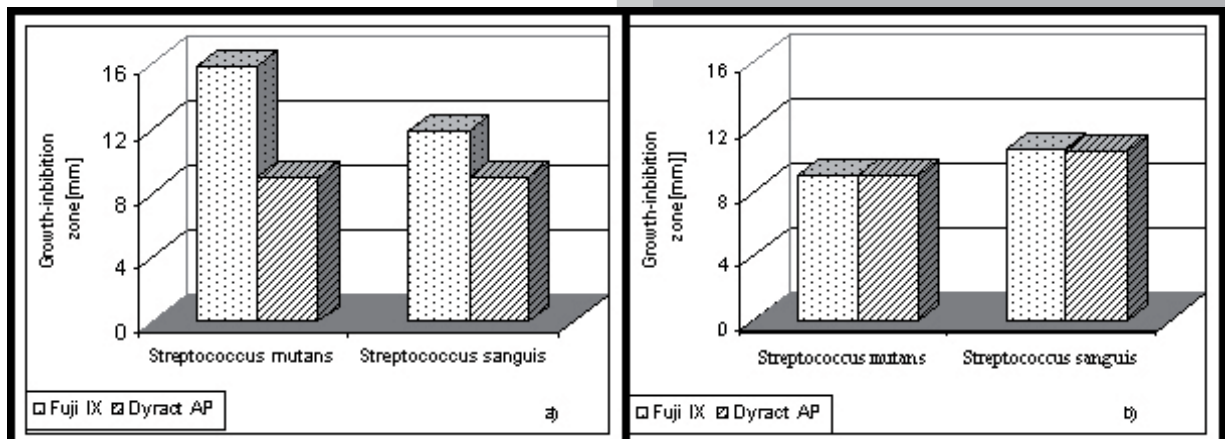
Porównanie chropowatości powierzchni próbek przed i po procesie uwalniania fluoru przedstawione na RYS.1b wskazują na zdecydowanie większy jej wzrost w przypadku materiału Fuji IX. Jest to prawdopodobnie skutek obecności jonów wapnia w cząsteczkach szkła cementu szkłojonomerowego, powodujących szybszy proces jego rozpuszczania. Natomiast światłoutwardzalna żywica obecna w strukturze kompomeru w większym stopniu zabezpiecza jego powierzchnię przed wpływem rozpuszczalnika. Potwierdzeniem jest analiza zdjęć powierzchni badanych materiałów widoczna na RYS.2. Materiał Fuji IX (RYS.2b) cechował się niejednorodną powierzchnią z licznymi mikropęknięciami

less fluoride because of resin bonding process and weaker acid-base reaction than in glassionomer cements. After one month of storage of analyse samples in solution the amount of fluoride decreased.

The comparison of surface roughness of samples before and after fluoride release presented on FIG.1b show clearly high increase this parameter in case of Fuji IX restorative. Probably, it is the effect of presence of calcium ions in glass fillers of glassionomer cement which accelerate the dissolve of cement. The compomer consist of photo-polymerizable resin which protect it's surface from solvent influence. It is confirmed through analyse the surfaces of materials show on FIG.2. The Fuji IX material (FIG.2b) characterize heterogenous surface with a lot of structure microcracks.



RYS.2. Struktura powierzchni materiałów Dyract AP (a) i Fuji IX (b) po uwalnianiu fluoru.
FIG.2. Structure of Dyract AP (a) and Fuji IX (b) materials after fluoride release.



Rys.3. Średnie strefy zahamowania wzrostu bakterii próchnicowych tuż po utwardzeniu materiałów (a) i po 7 dniach uwalniania fluoru (b).
FIG.3. Mean inhibition zones of cariogenic bacterias just after material hardening (a) and after 7 days fluoride release (b).

w jego strukturze. Widać jednocześnie odsłonięte ziarna cząstek wypełniacza proszkowego. Matryca kompomeru pozwala zachować bardziej jednolitą strukturę materiału (RYS.2a).

Wyniki uwalniania fluoru skłoniły do przeprowadzenia badań strefy zahamowania wzrostu w dwóch etapach: tuż po utwardzeniu materiałów i po 7 dniach przetrzymywania próbek w roztworze buforu fosforanowego (RYS.3). Po upływie doby od związania materiałów cement szkłoionomerowy Fuji IX wykazywał działanie antybakteryjne w przypadku obu drobnoustrojów. Dyract AP nie wykazywał takiego efektu. 8 dni od utwardzenia materiałów hamowanie wzrostu bakterii wykazywały oba wypełnienia, lecz tylko w przypadku jednej z nich - *Streptococcus sanguis*. Świadczy to o gatunkowej wrażliwości bakterii na jony fluorkowe. Dokładniejsze wyniki badań umieszczone są w artykule Marczyk-Kolady i wsp.[9].

Podsumowanie

W pracy badano dwa handlowe materiały stomatologiczne: cement szkłoionomerowy Fuji IX i kompomer Dyract AP. Określono wpływ procesu uwalniania fluoru na chropowatość i strukturę materiałów oraz hamowanie wzrostu bakterii próchnicowych. Na podstawie wykonanych badań można sformułować następujące wnioski:

- cement szkłoionomerowy uwalnia więcej jonów fluorkowych w porównaniu do kompomeru,
- stabilizacja uwalniania fluoru następuje po 7 dniach przetrzymywania próbek w roztworze,
- stwierdzono zmiany chropowatości i struktury materiałów w wyniku oddziaływań z roztworem kontaktowym,
- uwalnianie jonów fluorkowych ma wpływ na aktywność antybakteryjną materiałów stomatologicznych.

Ze względu na posiadane właściwości, zarówno Fuji IX jak i Dyract AP mogą być polecane jako stałe wypełnienia ubytków próchnicowych biorąc pod uwagę profilaktykę próchnicy wtórnej.

Uncover glass particles were also observed on its surface. Compomer matrix permit to save more homogenous material structure (FIG.2a).

The results of fluoride release induce to determine the inhibition zone at two stages: just after materials hardening and after 7-day keeping of samples at phosphate buffer solution (FIG.3). In the first case glassionomer cement Fuji IX induced an antibacterial effect in case of two microorganisms. There was no inhibition zone around Dyract AP. 8 days after material hardening an antibacterial activity was observed for each of them, but only for one bacteria - *Streptococcus sanguis*. It can be explained by bacteria sort sensitivity for fluoride ions. More information is characterise at Marczyk-Kolada [9] article.

Summary

In this paper investigate two commercial restorative materials: glassionomer cement Fuji IX and compomer Dyract AP. The influence of fluoride release on surface roughness, material structure and antibacterial activity was evaluated. On the basis of the performed examinations, the following conclusions have been formed:

- the amount of fluoride release is higher in glassionomer cement than in compomer,
- the stabilize effect of fluoride release is observed after 7 days of restoring tested materials in solution,
- it was found that surface roughness and material structure changed during contact with tested solution,
- fluoride release influence on antibacterial effect of restorative materials.

In view of Fuji IX and Dyract AP properties these materials may be used as filling materials for dental caries considering inhibit recurrent caries formation.

Piśmiennictwo

- [1] Forsten L.: Uwalnianie fluoru z glass-ionomerów, *Stomatologia Współczesna*, vol.2, 3, 1995, 219-225
- [2] Xu X., Burgess J.: Compressive strength, fluoride release and recharge of fluoride-releasing materials, *Biomaterials*, 24, 2003, 2451-2461
- [3] Itōta T., Carrick T.E., Yoshiyama M., McCabe J.F.: Fluoride release and recharge in giomer, compomer and resin composite, *Dental Materials*, 2004, 20, 789-795
- [4] Vermeersch G., Leloup G., Vreven J.: Fluoride release from glass-ionomer cements, compomers and resin composites, *Journal of Oral Rehabilitation*, 28, 2001, 26-32.
- [5] Friedl K-H, Schmalz G., Hiller K-A, Shams M.: Resin-modified glass ionomer cements: fluoride release and influence on *Streptococcus mutans* growth, *Eur. J. of Oral Sciences*, 105, 1997, 81-85

References

- [6] Vermeersch G., Leloup G., Delmee M., Vreven J.: Antibacterial activity of glass-ionomer cements, compomers and resin composites: relationship between acidity and material setting phase, *J. of Oral Rehabilitation*, 32, 2005, 368-374
- [7] Hattab F.N., Amin W.M.: Fluoride release from glass ionomer restorative materials and the effects of surface coating, *Biomaterials*, 22, 2001, 1449-1458
- [8] Geurtsen W., Leyhausen G., Garcia-Godoy F.: Effect of storage media on the fluoride release and surface microhardness of four polyacid-modified composite resins („compomers”), *Dental Materials*, 15, 1999, 196-201
- [9] Marczyk-Kolada G., Jakoniuk P., Mystkowska J., Łuczaj-Cepowicz E., Waszkiel D., Dąbrowski J.R., Leszczyńska K.: Uwalnianie jonów fluorkowych i aktywność antybakteryjna wybranych materiałów stomatologicznych, *Postępy Hig. i Med. Dośw.*, w druku