

UNIVERZITET U BEOGRADU
STOMATOLOŠKI FAKULTET

IVANA L. MILANOVIĆ

**FIZIČKO-HEMIJSKA SVOJSTVA
I KVALITET VEZE SA DENTINOM KALCIJUM
SILIKATNIH PASTA ZA PUNJENJE KANALA KORENA**

doktorska disertacija

Beograd, 2021

UNIVERSITY OF BELGRADE
SCHOOL OF DENTAL MEDICINE

IVANA L. MILANOVIĆ

**PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES AND QUALITY
OF BOND STRENGTH TO ROOT CANAL DENTIN OF
CALCIUM SILICATE BASED SEALERS**

doctoral dissertation

Belgrade, 2021

Mentor:

Prof. dr Violeta Petrović
vanredni profesor, Klinika za bolesti zuba, Stomatološki fakultet,
Univerzitet u Beogradu

Članovi komisije:

Prof. dr Mirjana Vujašković
Stomatološki fakultet, Univerzitet u Beogradu

Doc. dr Petar Milovanović
Medicinski fakultet, Univerzitet u Beogradu

Viši naučni saradnik dr Đorđe Antonijević
Institut za nuklearne nauke, Vinča

Doc. dr Vanja Opačić-Galić
Stomatološki fakultet, Univerzitet u Beogradu

Doc. dr Tatjana Savić-Stanković
Stomatološki fakultet, Univerzitet u Beogradu

Datum odbrane:

Želela bih da se zahvalim:

Svojoj mentorki Prof.dr Vesni Miletić koja je svoje veliko znanje nesebično i sa lakoćom delila sa mnom, omogućivši mi da od nje učim. Jer je pristala da uplovi sa mnom u vode endodontskih materijala, pokazavši time još jednom da za nju ne postoji „uža naučna oblast“. Jer je veliki čovek , prijatelj i vanserijski naučnik. Njena pomoć i podrška na izradi ove teze su ogromne , a moja zahvalnost nemejljiva.

Svojoj drugoj mentorki Prof. dr Violeti Petrović na intuitivnoj podršci i razumevanju svih ovih godina. Na velikom znanju i razumevanju ove oblasti, na konkretnim sugestijama koje su ovaj tekst podigle na jedan viši nivo. Na nesebičnoj pomoći, temeljnosti i pouzdanosti , kao i jasnom planu zahvaljujući kome je ova teza privedena kraju. Na neizmernoj duhovitosti koja je olakšala završetak rada. Na iskrenom prijateljstvu.

Prof. dr Mirjani Vujašković na stručnim savetima i podršci od prvog dana na klinici.

Dr Bojanu Dželetoviću na pomoći oko izrade uzoraka, na idejama i odvojenom vremenu. Na otvorenosti i iskrenosti od prvog susreta i na prijateljstvu koje smo izgradili.

Doc. dr Petru Milovanoviću na izuzetnoj stručnosti i posvećenosti. Na velikoj pomoći u planiranju dela istraživanja, saradnja sa njim je bila pravo zadovoljstvo.

Dr Đorđu Antonijeviću na stručnoj pomoći, odvojenom vremenu i vrcavim kometarima koji su omogućili da se posao lakše privede kraju.

Doc. dr Vanji Opačić-Galić na prijateljstvu i podršci svih ovih godina.

Doc. dr Tatjani Savić-Stanković na prijateljstvu, podršci i duhovitim komentarima koji mi uvek razvedre dan.

Mojoj kumi Ivani na obradi teksta, na velikom strpljenju i prijateljstvu svih ovih 37godina.

Mojoj Ani koja je donirala materijal za ovo istraživanje i poslala ga preko okeana, na prijateljstvu i podršci.

Jovani Marijanović na tehničkoj pomoći, pozitivnom stavu i podršci.

Nataši Milošević i njenoj mami na velikom broj prikupljenih zuba i podršci.

Marini i Jeleni na pravim rečima u pravom trenutku.

Mojim dragim kolegama sa Klinike za bolesti zuba koji su, svako na svoj način, bili moja podrška.

Goranu, Dušici i Srđanu, od kojih, od kako sam ušla u njihovu kuću, osećam samo ljubav i podršku.

Bati, mami i Lazi, jer celog života u meni vide samo moju najbolju verziju. Jer su bezgranična ljubav, vera, pomoć i podrška.

Milošu, koji je moj oslonac 26 godina i koji, uprkos izazovima, čini da posebnost traje.

*Tijani, Luki i Kosti,
jer su smisao svega.*

FIZIČKO-HEMIJSKA SVOJSTVA I KVALITET VEZE SA DENTINOM KALCIJUM SILIKATNIH PASTA ZA PUNJENJE KANALA KORENA

SAŽETAK

Tokom poslednjih godina na tržištu su se pojavile kalcijum silikatne formulacije pasta za punjenje kanala korena koje predstavljaju naučni i klinički produžetak materijala na bazi MTA. Osnovna ideja je bila da se sažimanjem dobrih bioloških i fizičko-hemijskih svojstava MTA stvori grupa pasta koja će se adekvatnom fluidnošću i brzinom vezivanja dobro kombinovati sa osnovnim kanalnim punjenjem pri različitim tehnikama punjenja. Danas postoji više ovakvih pasta koje, iako izvedene iz iste osnovne formulacije, imaju svoje specifičnosti i razlikuju se u: sastavu, rendgenkontrastnim sredstvima, veličini čestica, načinu dostave. Ove specifičnosti mogu uticati na biološka i fizičko-hemijska svojstva kalcijum silikatnih pasta kao i na njihovo ponašanje unutar kanala korena.

Cilj ovog istraživanja je bio da se ispituju fizičko-hemijska svojstva i jačina veze kalcijum silikatnih pasta sa dentinom kanala korena.

U istraživanje su bile uključene tri kalcijum silikatne paste: EndoSequence BC (Brassler, SAD), BioRoot RCS (Septodont, Francuska) i MTA Fillapex (Angelus, Brazil). Kao kontrolni materijal je korišćena pasta na bazi epoksi smole AH Plus (De Trey, Nemačka).

Poroznost materijala je ispitivana metodom mikro-kompjuterizovane tomografije. Posle stajanja u simuliranom tkivnom fluidu, uzorci su skenirani nakon 7 dana i nakon 6 meseci kada je procesnjivana otvorena, zatvorena i ukupna poroznost kao i dimenzije pora. Jačina veze pasta sa dentinom kanala je ispitivana disk metodom i konvencionalnom metodom (po trećinama), testom smicanja. Rendgenkontrastnost pasta je ispitivana radiografisanjem uzoraka zajedno sa stepeničastim aluminijumskim etalomom uz pomoć Trophy RVG digitalnog senzora (Cedex) i izražena je konvertovanjem radiografske gustine uzoraka izražene u vidu optičke gustine ili tona sivo-bele skale u ekvivalentnu debljinu aluminijuma. Određivanje pH vrednosti izlužaka vezanih pasta je ostvareno merenjem u šest vremenskih intervala (24h, 72h, 7,14, 21 i 28 dana). Između merenja uzorci su čuvani u dejonizovanoj vodi na 37° C i 100% vlažnosti. Za ispitivanje savojne čvrstoće napravljeni su uzorci dimenzija 10 mm x 2mm x 2mm koji su nakon vezivanja pasta podvrgnuti testu smicanja. Podaci su analizirani opštim linearnim modelom, analizom varijanse sa Tukey post hoc međugrupnim poređenjima, t-testom u programskom paketu (Minitab 16) sa nivoom značajnosti na $\alpha=0,05$.

Zatvorena poroznost je u oba vremena merenja i u svim grupama bila zastupljena sa manje od 0,5%, dok je 99,5% ukupne poroznosti činila otvorena poroznost. Nakon 7 dana AH Plus pasta je ispoljila najnižu poroznost (3,2 % \pm 0,7) koja je bila statistički značajno niža u odnosu na MTA Fillapex pastu (6,1 % \pm 1,9) ($p<0,05$), dok su vrednosti BioRoot RCS i EndoSequence BC bile komparabilne sa AH Plus i MTA Fillapex ($p>0,05$). U ovom periodu je kod svih pasta poroznost u kruničnom nivou bila statistički značajno veća u odnosu na srednju i apikalnu trećinu među kojima nije bilo statistički značajne razlike. Nakon 6 meseci AH Plus i EndoSequence BC su pokazale statistički značajno nižu poroznost u odnosu na MTA Fillapex i BioRoot RCS. U svim pastama, u oba vremena merenja, najzastupljenije su bile najmanje pore, veličine od 10 μ m do 50 μ m u prečniku. Najvišu vrednost savojne čvrstoće je ostvarila AH Plus pasta (19,25 \pm 5,48 MPa) i ona je bila statistički značajno veća u odnosu na vrednosti savojne čvrstoće ostale tri paste ($p<0,05$). EndoSequence

BC, BioRoot RCS i MTA Fillapex su pokazale slične vrednosti savojne čvrstoće ($p > 0,05$). U pogledu rendgenkontrastnosti, AH Plus i BioRoot RCS su ostvarile slične vrednosti, koje su bile statistički značajno različite u odnosu na EndoSequence BC pastu koja je bila najkontrastnija (6,9 mm Al) i na MTA Fillapex koja je imala najmanju rendgenkontrastnost (2,30 mm Al) ($p < 0,05$). Najniža zabeležena vrednost pH bila je kod AH Plus paste nakon 24h ($8,79 \pm 0,34$), dok je najvišu zabeleženu vrednost ostvarila EndoSequence BC pasta nakon 14 dana ($11,74 \pm 0,41$). pH vrednosti AH Plus paste su u svim merenjima bile niže od vrednosti druge tri paste ($p < 0,05$). Najviše varijacija u vrednostima pH bilo je u periodu od trećeg (72h) do 21. dana. Nakon 28 dana očitane pH vrednosti svih pasta su bile slične ($p > 0,05$). Vrednosti jačine veze pasta sa dentinom su komparabilne u kruničnoj i srednjoj trećini korena nakon primene obe metode (konvencionalne i disk), EndoSequence BC i BioRoot RCS su ostvarile slične vrednosti jačine veze koje se statistički značajno razlikuju u odnosu na AH Plus koja je ostvarila najjaču vezu i MTA Fillapex koja je ostvarila najslabiju vezu ($p < 0,05$). Primenom konvencionalne metode MTA Fillapex je u apeksnoj trećini ostvario najslabiju vezu u odnosu na ostale paste koje su demonstrirale statistički značajno jaču vezu sa dentinom ($p < 0,05$).

Rezultati ove doktorske disertacije pokazuju da su sve paste demonstrirale određeni stepen poroznosti. Tokom vremena AH Plus i EndoSequence BC su pokazale tendenciju smanjenja poroznosti, dok se kod BioRoot RCS i MTA Fillapex poroznost povećala nakon 6 meseci. Kalcijum silikatne paste su ostvarile značajno niže vrednosti jačine veze sa dentinom i savojne čvrstoće u odnosu na kontrolnu AH Plus pastu. U pogledu rendgenkontrastnosti jedino MTA Fillapex pasta nije ispunila kriterijum ISO standarda. Kalcijum silikatne paste su ostvarile visoko alkalne vrednosti pH u poređenju sa kontrolnom AH Plus pastom koja je ispoljila značajno niže vrednosti.

KLJUČNE REČI: Kalcijum silikati, paste za punjenje kanala, poroznost, jačina veze, rendgenkontrastnost, savojna čvrstoća, pH

NAUČNA OBLAST: Stomatologija

UŽA NAUČNA OBLAST: Kliničke stomatološke nauke

UDK broj: 615.46:616.314(043.3)

PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES AND PUSH-OUT BOND STRENGTH TO ROOT CANAL DENTIN OF CALCIUM SILICATE BASED SEALERS

ABSTRACT

In recent years, calcium silicate formulations of root canal sealers have emerged on the market, being a scientific and clinical extension of MTA-based materials. The basic idea was to create a group of sealers by summarizing the good biological and physicochemical properties of MTA, which would combine well with the basic root canal filling with different obturation techniques, with adequate flow and setting time. Today, there are several such sealers which, although derived from the same basic formulation, have their own specifics and differ in: composition, radiopacifier, particle size and delivery system. These specificities can affect the biological and physicochemical properties of calcium silicate based sealers as well as their behavior within the root canal.

The aim of this study was to examine the physicochemical properties and push-out bond strength of calcium silicate based sealers to root canal dentin.

Three calcium silicate based sealers were included in the study: Endosequence BC (Brassler, USA), BioRoot RCS (Septodont, France) and MTA Fillapex (Angelus, Brazil). AH Plus, an epoxy resin-based sealer (De Trey, Germany) was used as a control material.

The porosity of sealers was examined using micro-computerised tomography. After being stored in the simulated tissue fluid, the samples were scanned after 7 days and after 6 months and open, closed and total porosity as well as the pore dimensions were assessed. Adhesion of the sealers to root canal dentin was measured using push-out bond strength test in the disc and conventional methods (by thirds). The radiopacity of the sealers was examined by radiographing the samples together with a stepped aluminum standard wedge using a Trophy RVG digital sensor (Cedex) and was expressed by converting the radiographic density of the samples expressed as optical density or gray-white scale tone into equivalent thickness. Determination of the pH value of the leachates of the set sealers was achieved by measuring in six time intervals (24h, 72h, 7, 14, 21 and 28 days). Between measurements, the samples were stored in deionized water at 37 °C and 100% humidity. To test the flexural strength, samples measuring 10 mm x 2 mm x 2 mm were made, and after the sealers had set, subjected to a shear test. Data were analyzed by a general linear model, analysis of variance with Tukey post hoc intergroup comparisons, t-test in a software package (Minitab 16) with a significance level of 0.05.

Closed porosity was presented with less than 0.5% in both measurement times and in all groups, while 99.5% of the total porosity was open porosity. After 7 days, AH Plus showed the lowest porosity ($3.2\% \pm 0.7$) which was statistically significantly lower compared to MTA Fillapex ($6.1\% \pm 1.9$) ($p < 0.05$), while BioRoot RCS and EndoSequence BC values were comparable with AH Plus and MTA Fillapex ($p > 0.05$). In this period, the porosity in the coronal third was statistically significantly higher in all sealers in relation to the middle and apical third, among which there was no statistically significant difference. After 6 months AH Plus and EndoSequence BC showed statistically significantly lower porosity compared to MTA Fillapex and BioRoot RCS. In all sealers at both measurement times, the smallest pores were the most common, ranging in size from 10 μm to 50 μm in diameter. The highest value of flexural strength was achieved by AH Plus sealer (19.25 ± 5.48 MPa) and it was statistically significantly higher in relation to the values of flexural strength of the other

three sealers ($p < 0.05$). EndoSequence BC, BioRoot RCS and MTA Fillapex showed similar values of flexural strength ($p > 0.05$). In terms of radiopacity, AH Plus and BioRoot RCS achieved similar values, which were statistically significantly different compared to EndoSequence BC sealer which showed the highest values of radiopacity (6.9 mm Al) and to MTA which had the lowest values of radiopacity (2.30 mm Al) $p < 0.05$. The lowest recorded pH value was in AH Plus sealer group after 24 h (8.79 ± 0.34), while the highest recorded value was achieved by EndoSequence BC sealer after 14 days (11.74 ± 0.41). The pH values of AH Plus sealer were lower in all time intervals than the values of the other three sealers ($p < 0.05$). The greatest variation in pH values was in the period from the third (72h) to the 21st day. After 28 days, the pH readings of all sealers were similar ($p > 0.05$). The values of the bond strength of the sealers were comparable in the coronal and middle third of the root after applying both methods (conventional and disc), Endosequence BC and BioRoot RCS achieved similar values of bond strength that were statistically significantly different from AH Plus which achieved the strongest bond to root canal dentin and MTA Fillapex which presented the lowest dislocation resistance ($p < 0.05$). Using the conventional method, MTA Fillapex achieved the weakest bond strength in the apical third compared to other sealers that demonstrated statistically significantly stronger bond strength values ($p < 0.05$).

The results of this doctoral dissertation show that all sealers demonstrated a certain degree of porosity. Over time, AH Plus and EndoSequence BC showed a tendency to decrease porosity, while in BioRoot RCS and MTA Fillapex the porosity increased after 6 months. Calcium silicate based sealers achieved significantly lower values of push-out bond strength and flexural strength compared to the control AH Plus sealer. In terms of radiopacity, only MTA Fillapex sealer did not meet the criteria of the ISO standard. Calcium silicate based sealers achieved highly alkaline pH values compared to the control AH Plus sealer which exhibited significantly lower values.

KEY WORDS: Calcium silicates, root canal sealers, porosity, bond strength, radiopacity, flexural strength, pH

SCIENTIFIC FIELD: Dentistry

NARROW SCIENTIFIC FIELD: Clinical dental sciences

UDC number: 615.46: 616.314 (043.3)

SADRŽAJ

1. UVOD	1
2. PREGLED LITERATURE	3
2.1. Hidraulični kalcijum silikatni cementi	3
2.1.1. Klasifikacija i hemijski sastav hidrauličnih kalcijum silikatnih cemenata	3
2.2. Kalcijum silikatne paste za punjenje kanala	4
2.2.1. Hemijski sastav i vezivanje	4
2.2.2. Svojstva kalcijum silikatnih pasta	8
3. CILJ	21
4. MATERIJAL I METODE	23
4.1. Ispitivanje poroznosti metodom mikro-komputerizovane tomografije (μ CT)	24
4.1.1. Priprema uzoraka	24
4.1.2. Merenje poroznosti metodom μ CT-a	24
4.1.3. Statistička analiza	26
4.2. Ispitivanje savojne čvrstoće KS pasta primenom modifikovane ISO standardne metode opterećenja u 3 tačke	27
4.2.1. Priprema uzoraka	27
4.2.2. Merenje savojne čvrstoće	27
4.2.3. Statistička analiza	28
4.3. Ispitivanje rendgenkontrastnosti KS pasta	28
4.3.1. Priprema uzoraka	28
4.3.2. Merenje rendgenkontrastnosti	28
4.3.3. Statistička analiza	29
4.4. Ispitivanje pH vrednosti izlužaka vezanih KS pasti u različitim vremenskim intervalima	29
4.4.1. Priprema uzoraka	29
4.4.2. Merenje pH vrednosti	29
4.4.3. Statistička analiza	30
4.5. Ispitivanje jačine veze KS pasta sa dentinom kanala korena	30
4.5.1. Priprema uzoraka za ispitivanje jačine veze KS pasti sa dentinom kanala korena konvencionalnom metodom	30
4.5.2. Priprema uzoraka za ispitivanje jačine veze KS pasta sa dentinom kanala korena metodom „diska“	31
4.5.3. Merenje jačine veze testom smicanja („ <i>push-out</i> “)	31
4.5.4. Statistička analiza	32
5. REZULTATI	33
5.1. Rezultati poroznosti	33
5.2. Rezultati ispitivanja savojne čvrstoće KS pasta	37

5.3.	Rezultati rendgenkontrastnosti	38
5.4.	Rezultati određivanja pH vrednosti izlužaka vezanih KS pasta	40
5.5.	Rezultati ispitivanja jačine veze KS pasta sa dentinom kanala korena	42
5.5.1.	Rezultati ispitivanja jačine veze KS pasta sa dentinom kanala korena- konvencionalna metoda	42
5.5.2.	Rezultati ispitivanja jačine veze KS pasta sa dentinom kanala korena- „ disk “ metoda	44
5.5.3.	Poređenje rezultata dve metode („disk“ i konvencionalne -po trećinama).....	45
6.	DISKUSIJA	47
6.1.	Diskusija rezultata ispitivanja poroznosti	47
6.2.	Diskusija rezultata savojne čvrstoće	49
6.3.	Diskusija rezultata ispitivanja rendgenkontrastnosti	50
6.4.	Diskusija rezultata ispitivanja pH vrednosti izlužaka vezanih pasta	52
6.5.	Diskusija rezultata ispitivanja jačine veze sa dentinom	54
7.	ZAKLJUČCI	57
8.	LITERATURA	59

1. UVOD

Punjenje kanala korena je završni korak u endodontskoj terapiji koji ima za cilj hermetično zaptivanje kanalnog sistema korena zuba. Kvalitetnim rubnim zaptivanjem se sprečava perkolacija tečnosti, mikroorganizama ili njihovih produkata iz periapeksa ili usne duplje (1).

Osnovni koncept kanalnog punjenja se ne menja godinama i podrazumeva upotrebu gutaperke, kao osnovnog kanalnog punjenja, i paste. Gutaperka, sa najvećim zapreminskim udelom u kanalu, ima ulogu nosača (2, 3) dok pasta dolazeći u kontakt sa dentinom, ima ulogu da ispuni praznine i manje nepravilnosti uzanog prostora između glavnog kanalnog punjenja i zida kanala korena (4), da poboljša marginalnu adaptaciju za zidove kanala korena (5) i ispuni lateralne kanale korena (6). U skladu sa ulogama, paste bi trebalo da poseduju određena svojstva kao što su: nerastvorljivost u tkivnim tečnostima, dimenziona stabilnost, adhezivnost, antimikrobnost, rendgenkontrastnost, kao i odgovarajuće radno vreme, vreme vezivanja i jednostavnost rukovanja (7-9). Kako su paste za punjenje kanala u neposrednom kontaktu i sa periodontalnim tkivom neophodno je da su biokompatibilne tj. da ne izazivaju zapaljensku, alergijsku, toksičnu niti reakciju iritacije (10).

Sredinom devedesetih godina prošlog veka na tržištu se pojavio materijal pod nazivom Mineral trioksid agregat (MTA) i napravio veliki zaokret u endodontskoj praksi. On predstavlja derivat Portland cementa sa dodatkom bizmut-oksida i kalcijum sulfat di-hidrata (11). Prvenstveno je bio namenjen zatvaranju lateralnih perforacija i retrogradnih kaviteta nakon apikotomije (12, 13), da bi se kasnije njegove indikacije proširile i na direktno prekrivanje pulpe (8) i terapiju zuba sa nezavršenim rastom korena (14,15). Radi se o cementu hidraulične prirode vezivanja, izrazite biompatibilnosti, dobrih fizičko-hemijskih svojstava, antimikrobnog delovanja i sposobnosti vezivanja u vlažnoj sredini (16). Pozitivna svojstva MTA-a se u najvećoj meri pripisuju njegovoj bioaktivnosti, tj. sposobnosti da, u prisustvu fosfata iz tkivne tečnosti, na svojoj površini stvori sloj kristala sličnih apatitu (17-19).

Tokom poslednjih godina na tržištu su se pojavile kalcijum silikatne formulacije pasta za punjenje kanala korena koje predstavljaju naučni i klinički produžetak materijala na bazi MTA (20-22).

Cilj je bio da se sažimanjem dobrih bioloških i fizičko-hemijskih svojstava MTA stvori grupa pasta koja će se adekvatnom fluidnošću i brzinom vezivanja dobro kombinovati sa osnovnim kanalnim punjenjem pri različitim tehnikama punjenja (23). Danas postoji više ovakvih pasta koje, iako izvedene iz iste osnovne formulacije, imaju svoje specifičnosti i razlikuju se po sastavu, rendgenkontrastnim sredstvima, veličini čestica i načinu dostave.

Ispitivanje svojstava kalcijum silikatnih pasta zauzima veliki prostor u naučnoj literaturi. Fizičko-hemijska svojstva kalcijum silikatnih pasta ispituju se u skladu sa propisima Međunarodne organizacije za standarde (24). Ustanovljeno je da bi standarde za neka od ovih svojstava trebalo modifikovati zbog specifičnosti strukture i prirode vezivanja ovih pasta.

Poroznost kanalnog punjenja može imati veliki uticaj na ishod endodontske terapije jer pore stvorene u kanalnom punjenju mogu služiti kao mesta rasta i razvoja zaostalih mikroorganizama i voditi do neuspeha endodontske terapije (25). Od posebnog kliničkog značaja su tzv. otvorene pore koje se javljaju na spoju paste i dentina kanala korena ili osnovnog kanalnog punjenja i koje mikroorganizmima otvaraju put za rast, razmnožavanje i migraciju ka periapeksu (26). Za očekivati je da će kalcijum silikatne paste zahvaljujući svojoj hidrauličnoj prirodi u veštačkom tkivnom fluidu

omogućiti smanjenje inicijalno stvorenih pora tokom vremena i tako doprineti pozitivnom ishodu endodontske terapije.

Za svaku pastu je važno da ostvari i kvalitetnu vezu sa dentinom kanala korena koja će omogućiti mikrocurenje i stvoriti preduslove za dugoročni uspeh endodontske terapije. Pored mineralizovanog sloja sličnog hidroksiapatitu koji se formira na površini kalcijum silikatne paste u prisustvu tkivne tečnosti (19), utvrđeno je i prisustvo intra-tubularnih produžetaka u dentinu kanala korena (27). Ova dva faktora zajedno bi mogla doprineti efikasnijem trodimenzionalnom zaptivanju kanalnog prostora (28).

2. PREGLED LITERATURE

2.1. Hidraulični kalcijum silikatni cementi

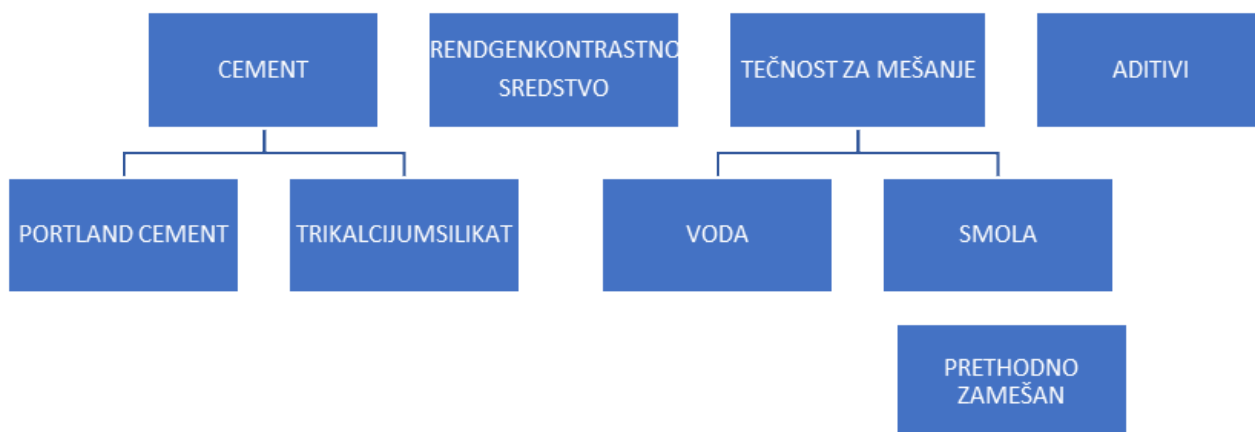
S' obzirom na činjenicu da se većina procedura u usnoj duplji obavlja u vlažnoj sredini, kalcijum silikatni cementi su prvenstveno počeli da se koriste u stomatologiji kao endodontski materijali. Njihovo osnovno svojstvo je hidrauličnost i odnosi se na reakciju vezivanja cementa (vezivanje sa vodom) i, što je najbitnije, na njihovu sposobnost da ostanu stabilni u vlažnoj sredini (29). Prvobitne indikacije za upotrebu ovih materijala su bile zatvaranje kanala korena i korenskih perforacija (30). Kasnije su se, razvojem tehnologije i upotrebom prečišćenijih sirovina, proširile i indikacije za njihovu upotrebu (direktno prekrivanje pulpe, terapija zuba sa nezavršenim rastom korena, punjenje kanala korena) (16).

2.1.1. Klasifikacija i hemijski sastav hidrauličnih kalcijum silikatnih cementa

Danas su hidraulični kalcijum silikatni cementi u zavisnosti od namene i specifičnosti sredine u koju se postavljaju podeljeni u tri grupe (29):

- intrakoronarna (zaštita pulpe, barijera za regenerativne endodontske procedure)
- intraradikularna (punjenje kanala korena, postavljanje apikalnog čepa)
- ekstraradikularna (zatvaranje apeksa kanala korena, zatvaranje korenskih perforacija)

Svaki (dentalni) preparat kalcijum silikatnog cementa se sastoji iz 4 osnovne komponente: cementa, rendgenkontrastnog sredstva, tečnosti za mešanje (nosača) i aditiva (Slika1).



Slika 1. Dinamički prikaz osnovnih komponenti hidrauličnih kalcijum silikatnih cementa

Varijacije u nekoj ili svim komponentama cementa dovode do stvaranja zasebnog tipa cementa. Do danas je poznato 5 tipova ovih cementa (Tabela 1) (31).

Tabela 1. Podela hidrauličnih kalcijum silikatnih cementa na osnovu hemijskog sastava

TIP	CEMENT	RENDGENKONTRASTNO SREDSTVO	ADITIVI	VODA
1	Portland cement	+/-	-	+
2	Portland cement	+	+	+
3	Portland cement	+	+	-
4	Trikalcijum/dikalcijum silikat	+	+	+
5	Trikalcijum/dikalcijum silikat	+	+	-

(+ prisustvo, - odsustvo)

Mineral trioksid agregat (MTA) je prvi hidraulični kalcijum silikatni cement patentiran za dentalnu primenu. Pripada tipu 1 hidrauličnih kalcijum silikatnih cementa. Proizveden je 1995. god u Americi pod komercijalnim imenom ProRoot MTA (Dentsply, Tulsa, SAD). Njegov prah predstavlja mešavinu Portland cementa (75%), kalcijum sulfata (5%) i bizmut oksida (20%) kao rendgenkontrastnog sredstva. U ovoj mešavini hidrauličnost potiče od Portland cementa, koji se inače koristi u građevinskoj industriji. Upotreba Portland cementa je u stomatologiji prvi put zabeležena 1878. god kada je nemački doktor Witte objavio prikaz slučaja u kome je ovim cementom napunio kanal korena (32).

2.2. Kalcijum silikatne paste za punjenje kanala

2.2.1. Hemijski sastav i vezivanje

Kalcijum-silikatne paste, po svom sastavu, uglavnom pripadaju trećem, četvrtom i petom tipu hidrauličnih kalcijum silikatnih cementa.

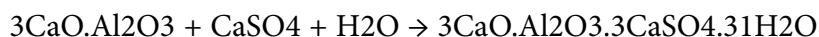
2.1.1.1. Osnovna komponenta (cement)

Osnovna komponenta kalcijum silikatnih pasta može biti Portland cement ili trikalcijum/dikalcijum silikat. U sastav praha Portland cementa ulazi nekoliko faza: trikalcijum silikat (C3S), dikalcijum silikat (C2S) i manje količine trikalcijum aluminata (C3A) i tetrakalcijum aluminoferita. Najzastupljenija je trikalcijumsilikatna faza (45-70%) koja je i veoma reaktivna. Dikalcijum silikat je manje reaktivan i čini 5 -30% Portland cementa. Feritna i aluminatna faza su zastupljene sa po 10%. Hidrofilne čestice praha reaguju sa vodom i dolazi do hidratacije kroz dve glavne hemijske reakcije:

1. Trikalcijum i dikalcijum silikat reaguju sa vodom i stvaraju se kalcijum silikatni hidratni gel (CSH) i kalcijum hidroksid:



2. Trikalcijum aluminat reaguje sa vodom i, u prisustvu kalcijum sulfata, dolazi do stvaranja etringita i monosulfata (33):



Sam proces hidratacije odvija se u nekoliko faza:

1. Faza preindukcije - traje nekoliko minuta, tokom koje dolazi do površinske hidrolize trikalcijum silikata i formiranja kalcijum silikatnog hidrata koji oblaže kalcijum silikatne čestice praha i sprečava dalju reakciju. U isto vreme dolazi i do rastvaranja trikalcijum aluminata i njegove reakcije sa kalcijumovim i sulfatnim jonima (iz gipsa) što dovodi do stvaranja etringita koji takođe oblaže čestice praha.
2. Faza indukcije - traje 1 do 2h, je faza relativne neaktivnosti, u kojoj se hidratacija odvija sporo. Hidrat istaložen oko neizreagovalih čestica sprečava njihovu dalju hidrataciju zbog čega je cement u ovoj fazi još uvek plastičan. Pucanjem kalcijum silikatnog hidrata oko neizreagovalih čestica počinje inicijalno vezivanje cementa. Na mikroskopskom nivou, inkorporiranjem vode među produkte hidratacije, tj. daljom hidratacijom neizreagovalih čestica, produkti hidratacije popunjavaju prostor između čestica, kalcijum silikatni hidrat raste ka unutrašnjosti cementa čime dolazi do njegovog postepenog očvršćavanja (33)
3. Faza akceleracije - nastupa 3 do 12h nakon mešanja i u njoj se hidratacija trikalcijum silikata ponovo ubrzava. Dolazi i do hidratacije dikalcijum silikata, uvećava se kalcijum silikatni hidratni gel, smanjuje se slobodna količina vode i količina neizreagovalih čestica. Pošto su do sada sulfatni joni potrošeni, u ovoj fazi se od etringita formira monosulfat. Takođe dolazi do precipitacije kalcijum hidroksida, tj do stvaranja portlandita.
4. Faza postakceleracije - nastupa 12h nakon mešanja. Smanjuje se količina neizreagovalih čestica i hidratacija prelazi u proces kontrolisan difuzijom. Potpuna hidratacija se dostiže nakon 4 nedelje. U očvrstnutoj masi cementa mogu ostati neizreagovale čestice.

Portland cement je sastavljen od prirodnih minerala i u njegovom sastavu se mogu naći tragovi mikroelementa arsena, olova i hroma koji u određenoj koncentraciji mogu biti toksični (34). Prema ISO standardu 9917-1; 2007 dozvoljena količina izluženog olova i arsena mora biti manja od 100 ppm-a za olovo i 2 ppm-a za arsen; dozvoljena količina izluženog hroma u literaturi nije precizno definisana (35). Smatra se da bi se koncentracije olova i arsena oslobođenih iz hidrauličnih cementa mogle biti više od propisom dozvoljenih (36, 37). Aluminiyum predstavlja integralni deo Portland cementa tj. njegove kalcijumaluminatne faze. Posle upotrebe materijala na bazi Portland cementa izluženi joni aluminijuma detektovani su u plazmi i jetri testiranih životinja (38). Joni aluminijuma se povezuju sa oksidativnim stresom u mozgu (39), kao i sa razvojem Parkinsonove i Alchajmerove bolesti (40).

Usled gorenavedenog, osnovnu komponentu kalcijum silikatnih pasta najčešće čine čisti kalcijum silikati, prvenstveno trikalcijum silikat kao reaktivnija komponenta (tip 4 i 5). Sintetski kalcijum silikati su dobijeni od prečišćenih sirovina, sol-gel metodom proizvodnje (41) ili metodom impulsnog sinterovanja električne struje čime se smanjuje rizik od kontaminacije mikroelementima (42). Hidratacija pasta na bazi trikalcijum silikata se odvija na sličan način kao kod Portland cementa ali bez prisustva aluminatne faze. U reakciji sa vodom stvara se kalcijum silikatni hidrat i kalcijum hidroksid (43).

2.1.1.2. Aditivi

Upotrebom materijala na bazi MTA javila se i potreba za unapređenjem nekih njegovih karakteristika kao što su dugo vreme vezivanja, otežana klinička manipulacija usled zrnaste strukture, diskoloracija zuba. Takođe, da bi se proširile indikacije za upotrebu kalcijum silikatnih cementa na paste za punjenje kanala bilo je neophodno poboljšati fluidnost cementa. U cilju prevazilaženja ovih

nedostataka, cementima su dodavani različiti aditivi. Camilleri je aditive koji se cementima dodaju u cilju modifikacije, tj poboljšanja njihovih svojstava podelila u dve grupe (29):

- i) aditivi koji utiču na reakciju hidratacije (akceleratori vezivanja)
- ii) aditivi koji utiču na fizička/mehanička svojstva
- i) U aditive koji utiču na hidrataciju prvenstveno spada kalcijum hlorid (CaCl_2). Dodatak 10% ili 15% CaCl_2 skraćuje vreme vezivanja cementa, a pritom ne utiče na njegovu biokompatibilnost (44). Takodje je pokazano da dodavanje CaCl_2 cementima povoljno utiče na njegovu sposobnost zaptivanja (45).

Kalcijum karbonat (CaCO_3) takođe pozitivno utiče na proces hidratacije i ubrzava njegovo vreme vezivanja, a može služiti i kao mesto nukleacije (46). Neki autori su uočili da dodavanje nano-čestica kalcijum karbonata unapređuje fluidnost i rukovanje materijalom, kao i da pozitivno utiče na proces hidratacije i popunjavanje praznina (efekat nano-filera) (47).

Kao akceleratori vezivanja mogu se koristiti i kalcijum nitrat i kalcijum format (48). Kalcijum laktat glukonat se takodje može dodati sa ciljem skraćivanja vremena vezivanja i lakšeg rukovanja cementom. Međutim, Lee BN i sar. su MTA (Pro Root MTA, Dentsply Tulsa Dental, Tulsa, SAD) pomešali sa rastvorom kalcijum laktat glukonata i ustanovili kraće vreme vezivanja ali i manju kompresivnu čvrstoću i niži pH u odnosu na MTA pomešan sa vodom (49).

Smanjivanjem veličine čestica praha dobija se veća specifična površina čestica koja može dovesti do intenzivnije reakcije hidratacije ali ne mora nužno voditi i kraćem vremenu vezivanja (34). Novu verziju patentiranog MTA (Nano Endodontic cement, US patent aplikacija br. 13/211.880) (50) sa manjim česticama praha i dodatkom male količine nano čestica stroncijuma odlikuje kraće vreme vezivanja, manja površinska poroznost, veća otpornost na kiselinsko okruženje, kao i veća mikotvrdoća i kompresivna čvrstoća (51). U aditive koji utiču na hidrataciju spadaju i hidroksiapatit i monobazni kalcijum fosfat. Njihovim dodavanjem omogućena je veća količina slobodnih fosfatnih jona u rastvoru čime se stimuliše biomineralizacija, koja nastaje kada kalcijumovi joni, dobijeni hidratacijom trikalcijum silikata, dođu u kontakt sa fosfatima iz okolne tkivne tečnosti te dolazi do formiranja kalcijum fosfatne faze ili mineralima infiltrisane zone (19). Procentualna zastupljenost kalcijum fosfata u prahu trikalcijum silikata različito utiče na oslobađenje kalcijumovih i hidroksilnih jona. Mešanje kalcijum fosfata sa trikalcijum silikatom u odnosu 1:1 rezultira smanjenjem ukupne količine oslobođenog kalcijum hidroksida i posledičnim narušavanjem bioloških svojstava materijala (52), dok zastupljenost kalcijum fosfata od 15 % u trikalcijum silikatu ne dovodi do značajnih promena u izluživanju kalcijumovih i hidroksilnih jona (53).

ii) Fluidnost materijala se može poboljšati dodavanjem u vodi rastvorljivih polimera (54, 55). Ovi polimeri dovode do naelektrisanja površina čestica materijala zbog čega dolazi do međusobnog odbijanja čestica i njihove smanjene flokulacije (taloženja) što rezultira povećanjem fluidnosti cementa (55). Propilen glikol je rastvorljivi polimer koji se dodaje da bi se poboljšala fluidnost (56). Dodavanje različitih smola kao aditiva je hidraulične cimente učinilo fluidnijim tj. pogodnim za formulaciju paste za punjenje kanala (57). Sa druge strane, pokazalo se da dodavanje različitih smola negativno utiče na proces hidratacije. Smole su većinom hidrofobne pa samim tim ograničavaju razmenu jona sa spoljašnjom sredinom. Ovo ograničava absorpciju tečnosti i smanjuje hidrataciju. U ovakvoj situaciji, kalcijumovi joni (ukoliko i dodje do njihovog formiranja) će se jako teško kretati kroz smolasti matriks (58). Difrakcionom analizom X zraka MTA Fillapex paste koja sadrži salicilatnu smolu u svom sastavu nije dokazana reakcija hidratacije, a samim tim ni posledično oslobađenje kalcijum hidroksida (59).

2.2.1.3. Rendgenkontrastna sredstva

Svi kalcijum silikatni cementi kao i kalcijum silikatne paste sadrže rendgenkontrastna sredstva. Prve formulacije kalcijum silikatnih cemenata patentirane za dentalnu primenu kao što su ProRoot MTA i njemu slični preparati, kao rendgenkontrastno sredstvo sadrže bizmut oksid. U prahu MTA bizmut oksid je prisutan sa 21,6% dok ga u vezanom cementu ima oko 8% . Utvrđeno je da bizmut oksid nije inertan već da učestvuje u procesu hidratacije cementa zamenjujući silicijum u CHS gelu iz koga se izlužuje zajedno sa kalcijum hidrksidom (60). Dokazano je i da porast koncentracije bizmut oksida u prahu cementa rezultira slabljenjem mehaničkih svojstava kao i povećanjem poroznosti cementa (61). Stoga novije formulacije kalcijum silikatnih cemenata ne sadrže bizmut oksid već alternativna rendgenkontrastna sredstva kao što su tantalum oksid, cirkonijum oksid i dr. Kalcijum silikatne paste uglavnom sadrže zirkonijum oksid. Cirkonijum oksid je inertan tako da ne učestvuje u procesu hidratacije pasta niti se iz njih izlužuje (57).

2.2.1.4. Komercijalne kalcijum silikatne paste

Prva kalcijum silikatna pasta je sintetisana 2007. godine u Kanadi pod nazivom iRoot SP (Innovative BioCeramix, Inc, Vankuver, Kanada). Ova pasta je od 2008. godine dostupna u Severnoj Americi pod nazivom EndoSequence BC Sealer (Brassler, Savannah, SAD), a tokom poslednjih godina je registrovana i u Evropi pod nazivom TotalFill BC (FKG Dentaire, Švajcarska). Sva tri preparata su identičnog hemijskog sastava (kalcijum silikati, cirkonijum oksid, monobazni kalcijum fosfat, kalcijum hidroksid, punioci). Radi se jednokomponentnim pastama, suspendovanim u nevedenim nosačima i pakovanim u špricu, a koje za vezivanje koriste vlagu iz kanala korena.

MTA Fillapex (Angelus, Londrina, Brazil) je pasta koja se na tržištu pojavila 2010. godine. Radi se o dvokomponentnom preparatu gde pastu A čine: salicilatna smola, bizmut trioksid i punioci, a u sastav paste B ulaze punioci, titanijum dioksid, MTA i prirodna smola. Ova pasta za proces vezivanja ne koristi vodu, pa se formalno i ne može svrstati u hidraulične kalcijum silikatne paste (62).

BioRoot RCS (Septodont, Saint-Maurdes-Fosses, Francuska) je pasta koja je proizvedena 2015. godine primenom „Aktivne Biosilikatne Tehnologije“ koja podrazumeva primenu čistog trikalcijum silikata, bez prisustva aluminata i kalcijum sulfata. Pasta se dobija mešanjem praha i tečnosti, pri čemu u sastav praha ulazi trikalcijum silikat i cirkonijum oksid, a tečnost čine vodeni rastvor kalcijum hlorida i u vodi rastvorljivi polimer.

CeraSeal (Meta Bimed Co., Cheongju, Koreja) je nova jednokomponentna pasta dostavljena u špricu u čiji sastav ulaze kalcijum silikati, cirkonijum oksid i sredstva za zgušnjavanje. Proizvođač navodi da su sastav i svojstva vrlo slični iRoot SP pasti, sa tom razlikom što su monobazni kalcijum fosfat i kalcijum hidroksid zamenjeni 1,3 propandiolom (63).

Well-Root ST (Vericom, Gangwon-Do, Koreja) je takođe jednokomponentna pasta sličnog sastava (kalcijum silikati, cirkonijum oksid, punioci, sredstva za zgušnjavanje).

Poslednjih godina proizvođači se trude da unaprede sastav svojih kalcijum silikatnih pasta i da ih prilagode različitoj primeni. EndoSequence BC i TotalFill BC su dobili svoje naslednike u vidu HiFlow formulacija. Osnovne formulacije su indikovane za monokonu tehniku punjenja kanala ili lateralnu kompakciju gutaperke dok se HiFlow formulacije smatraju pogodnim za upotrebu u okviru vertikalne kompakcije tople gutaperke. Smatra se da su ove formulacije otporne na temperature i do 220 °C, da su pri zagrevanju manje viskozne i da ispoljavaju veću rendgenkontrastnost. U njihovom sastavu se može videti veća procentualna zastupljenost cirkonijum oksida kao i odsustvo monobaznog kalcijum sulfata i sredstava za zgušnjavanje (64).

Bio-C Sealer (Angelus, Londrina, Brazil) se može smatrati unapređenom verzijom MTA Fillapex paste. Ovaj put se radi o pravoj hidrauličnoj kalcijum silikatnoj formulaciji koja u svom sastavu ima kalcijum silikate, kalcijum aluminat, kalcijum oksid, cirkonijum oksid, oksid gvožđa, silicijum

dioksid i raspršujuća sredstva. Preparat je jednokomponentni, dispergovan u špricu i za proces vezivanja mu je neophodna vlaga iz kanala korena.

2.2.2. Svojstva kalcijum silikatnih pasta

Svojstva kalcijum silikatnih pasta treba da budu u skladu sa zahtevima Međunarodne organizacije za standardizaciju (ISO 6876) (24). Antimikrobna svojstva nisu obuhvaćena ovim standardima, dok se za ispitivanje biokompatibilnosti koristi ISO 7045.

Nedavno, Komabayashi i sar. su predložili da paste za punjenje kanala treba da poseduju sledeća svojstva (65):

- da omoguće hermetičko zaptivanje
- da budu lepljive, da adheriraju za dentin kanala korena i za osnovno kanalno punjenje
- da im praškasta komponenta, ukoliko je imaju, bude fine strukture
- rendgenkontrastnost
- dimenziona stabilnost sa ograničenim promenama pre i nakon vezivanja
- da ne izazivaju diskoloraciju
- bakteriostatičnost ili baktericidnost
- vreme vezivanja dovoljno dugo da može nesmetano da se obavi procedura punjenja
- nerastvorljivost u tkivnim tečnostima
- biokompatibilnost tj. da nema mutagena, senzibilišuća i citotoksična svojstva nakon vezivanja
- da postoji mogućnost njihovog uklanjanja ili retreatmana bilo mehaničkim ili hemijskim putem
- poželjna je bioaktivnost tj. stvaranje hidroksiapatita u kontaktu sa tkivnim tečnostima

2.2.2.1. Poroznost

Izražena poroznost pasta za punjenje ima negativan uticaj na ponašanje kanalnog punjenja pri kontaktu sa periradikularnom tkivnom tečnošću (66). U definitivno napunjenom kanalu korena često zaostaju pore i mehurići vazduha (67) koji mogu poslužiti kao mesta rasta i razmnožavanja mikroorganizama, omogućiti mikrocurenje i konačno rezultirati neuspešnim ishodom endodontskog tretmana kanala korena (25). Na poroznost prvenstveno utiče konzistencija materijala (odnos praha i vode), a zatim i tehnike mešanja i manipulacije (66). Paste koje se ručno mešaju podložnije su individualnom uticaju operatora i većem stvaranju strukturalnih defekata (pora) (68) dok je taj uticaj gotovo isključen kod jednokomponentnih pasta (66). Sa kliničkog aspekta, najrelevantnije su otvorene pore, tj. one pore koje se uočavaju na spoju paste i dentinskog zida/gutaperke i koje mogu dovesti do razmnožavanja kao i migracije mikroorganizama i njihovih toksina prema periapeksu (26). Kontrakcija paste od 1% je dovoljna da dođe do stvaranja pora adekvatne veličine da omogući prolaz bakterijama (69). Takođe, od značaja je i zatvorena poroznost koja odražava i defekte unutrašnje strukture materijala koje mogu predstavljati potencijalna mesta napona materijala i negativno uticati na mehaničke osobine pasta (70).

Metode ispitivanja poroznosti

Za ispitivanje poroznosti i prodora paste u dentin kanala korena korišćene su različite destruktivne i nedestruktivne metode.

Destruktivne metode podrazumevaju sečenje napunjenog kanala korena i analiziranje pod svetlosnim, konfokalnim laser skening elektronskim (CLSM) ili skening elektronskim mikroskopom (SEM). Svetlosnim i konfokalnim laser skening elektronskim mikroskopom se može utvrditi postojanje većih pora i izmeriti stepen prodora paste u dentinske kanaliće (71-73). Ove metode usled nedovoljne rezolucije, ne dozvoljavaju kvantifikaciju malih otvorenih pora između paste i dentina kanala korena. Skening elektronska mikroskopija ima tu prednost da omogućava analizu kvaliteta dve površine pri znatno većoj rezoluciji. Mana joj je stvaranje artefakata tokom preparacije uzoraka, naime tokom dehidratacije i posmatranja u okruženju sa visokim vakuumom može doći do artefaktnog stvaranja pora između dve površine materijala (74). Ovaj problem se može prevazići analizom otisaka kanalnog punjenja polivinilsiloksanom (tzv. negativne replike) (75) ili uz pomoć pozitivnih replika koje se dobijaju epoksi smolom, indirektno, od ovih otisaka (76).

Poslednjih godina za ispitivanje poroznosti koristi se mikro-kompjuterizovana tomografija (mikro CT), nedestruktivna metoda koja omogućava kvalitativnu i kvantitativnu karakterizaciju unutrašnje strukture poroznih materijala (66). Ovom metodom se dobijaju trodimenzionalne slike određenih struktura sa mogućnošću vizuelizacije unutrašnje arhitektonike na mikroskopskom nivou. Uz pomoć slika dobijenih mikro CT analizom moguća je naknadna trodimenzionalna kvantifikacija podataka (77).

Za razliku od konvencionalne kompjuterizovane tomografije čija je niska rezolucija bila neadekvatna za rekonstrukciju malih objekata kao što su zubi ili kanali korena, mikro CT je povećavala kapacitet vertikalne rezolucije od 100-200 mikrometara (μm) (78, 79) preko 81 μm (80) do 25 μm (81). Danas je mikro CT-om moguće snimiti objekat rezolucijom manjom od 10 μm (82).

Danas je mikro CT jedna od metoda izbora u anatomiji, antrpologiji, implantologiji. Mikro CT-om su analizirane trabekularna struktura kosti, membranozna kost i koštano tkivo oko oralnih implanata (83-85).

Balto i sar. su mikro CT-om merili stepen destrukcije periapikalne kosti, a zatim su radili korelaciju sa vrednostima dobijenim na osnovu histoloških isečaka (86). Metodom mikro CT-a je merena i debljina gleđi (87) i ispitivana je makromorfologija tvrdih zubnih tkiva molara (79) Verdonschot i sar. su 2001. godine, pomoću ove metode razvili trodimenzionalni model konačnih elemenata (88).

U sferi endodoncije, mikro CT-om je ispitivana anatomija kanala korena (89, 90), geometrija i oblici kanala korena (78, 91, 92) kao i uticaj instrumentacije na kanalnu morfologiju (78, 91-94).

Mikro CT se pokazala dragocenom metodom u analizi poroznosti kanalnog punjenja (82) proceni kvaliteta različitih tehnika punjenja (95) i analizi efikasnosti retreatmana (96) .

Poroznost kalcijum silikatnih cemenata ispitivana je u studiji De Souze i sar. (66). Cilindrični kalupi zamešanih materijala iRoot BP Plus (Kanada), Biodentine (Francuska), Ceramicrete (SAD) i ProRoot MTA (SAD) analizirani su metodom mikro CT-a sa rezolucijom od 9,52 μm . Ispitivana je ukupna poroznost, ukupna zapremina pora, broj zatvorenih pora, zatvorena poroznost, zapremina zatvorenih pora i ukupna površina zatvorenih pora. Među pastama nije utvrđena statistički značajna razlika ni za jedan zadati parametar čime su autori potvrdili komparabilnost novijih cemenata sa zlatnim standarom ProRoot MTA-om.

Iste godine (2013) su Gandolfi i saradnici pratili i poredili poroznost hidrofilne MTA Flow (Italija) i hidrofobne AH Plus paste (Nemačka), na jednokorenim zubima napunjenim Thermafill tehnikom. (97). MTA Flow je kalcijum silikatna pasta sa dodatkom hidrofilnog organskog polimera na bazi etra, a AH Plus je pasta na bazi epoksi smole. Pri rezoluciji od 4 μm metodom mikro CT-a kod obe paste uočen je trend smanjivanja pora od kruničnog ka apeksnom delu, kao i tokom vremena (mereno nakon 7 dana i 6 meseci; uzorci držani potopljeni u fosfatnom puferu). Dobijene rezultate autori su objasnili primenom većeg pritiska u apeksnom delu pri punjenju, odnosno volumetrijskom ekspanzijom pasta nakon stajanja u rastvoru. U odnosu na AH Plus, MTA Flow je pokazao

manju poroznost u apeksnoj trećini, dok su vrednosti u srednjoj i kruničnoj trećini bile slične za obe paste. U sklopu ovog istraživanja rađena je i ESEM/EDX analiza nakon što su uzorci inkubirani 24h, 7 i 28 dana u fosfatnom puferu. Nakon 28 dana oskudni apatitni sloj uočen je čak i na površini AH Plus paste.

Huang i sar. (98) su ispitivali poroznost dve kalcijum silikatne paste, Total BC Sealer (Švajcarska) i Sure Seal Root (Švajcarska); u kontrolnoj grupi je bila pasta na bazi epoksi smole AH Plus (Nemačka). Okrugli kanali su punjeni monokonom tehnikom i nakon 10 dana, metodom mikro CT-a i nano-kompjuterizovane tomografije, sa zadatim rezolucijama od 13.73 μm i 1.58 μm meren je broj, volumen i distribucija unutrašnjih, spoljašnjih i kombinovanih pora. Obe metode su pokazale da sve tri paste imaju manji volumen pora u apeksnoj u odnosu na srednju i kruničnu trećinu kanala. Kalcijum silikatne paste su imale manji broj i manji volumen pora u svim trećinama u odnosu na AH Plus pastu. Nano CT je, u skladu sa svojom rezolucijom, očekivano, pokazao veći broj pora u svim pastama. Preciznost rezultata nano CT-a je, moglo bi se reći, na nivou histološkog ispitivanja i ovo je prvi put da je ova metodologija korišćena za ispitivanje poroznosti. Razliku u poroznosti između kalcijum silikatnih pasta i epoksi paste autori objašnjavaju razlikom u rendgenkontrastnosti i različitim parametrima zadatim pri određivanju volumena od interesa (VOI).

U sličnoj studiji, iste grupe autora (99) mikro CT-om i SEM-om ispitivana je poroznost pasta EndoSequence BC Sealer (SAD) i AH Plus (Nemačka). SEM analiza je kod obe grupe pokazala superiorniju adaptaciju i homogeniju strukturu paste u kruničnom u odnosu na apikalni deo. Sa druge strane, Mikro CT analiza je pokazala da su obe paste imale veću otvorenu i zatvorenu poroznost u kruničnom u odnosu na apeksni deo. BC pasta je pokazala značajno veću otvorenu poroznost, dok u pogledu zatvorene poroznosti nije bilo razlike među pastama.

Silva i sar. (100) su u svojoj studiji mikro CT analizom pratili dimenzione promene unutar pasta nakon što su opturisasi korenovi inkubirani 7 dana u fosfatnom puferu na 37 °C. MTA Fillapex (Brazil) pasta je pokazala veće dimenzione promene u svojoj strukturi u poređenju sa AH Plus pastom. U ovom istraživanju je prvi put korišćena digitalno vizuelna metoda za procenu rastvorljivosti paste za punjenje kanala. MTA Fillapex je pokazao značajnu ekstruziju paste preko apeksa kanala korena, dok je sa druge strane procentualni zapreminski gubitak paste bio manji nego kod AH Plus paste. Autori ovo objašnjavaju sorpcijom vode koja je dovela do dimenzionih promena i dislokacije unutar kanala korena. Izrazita fluidnost i rastvorljivost MTA Fillapex paste bi se mogle objasniti neizbalansiranim odnosom smole i MTA-a unutar paste.

Somma i sar. (26) su ispitivali kvalitet punjenja metodom mikro CT-a poredeći tri tehnike punjenja: monokonu, Thermafil i System B. Kanali svih grupa su punjeni AH Plus pastom. Autori su došli do zaključka da nije bilo razlike u kvalitetu punjenja niti u distribuciji pora među grupama kao i da je monokona tehnika efikasnija u uskim okruglim kanalima.

Da bi ispitali kako tehnika punjenja utiče na poroznost kalcijum silikatne paste Smart paste Bio (Engleska), Moinzadeh i sar. (101) su koristili očnjake gornje i donje vilice. Poredili su metodu lateralne kompakcije gutaperke sa monokonom tehnikom pri čemu su zubi skenirani dva puta; odmah nakon instrumentacije i 10 dana nakon opturacije. Utvrdili su da je, u srednjoj i kruničnoj trećini, monokona tehnika zaslužna za manju poroznost, dok u apeksnoj trećini tehnika punjenja nije imala uticaja. Autori ovaj rezultat pripisuju upotrebi potiskivača gutaperke koji u ovom slučaju pre doprinosi pojavi pora nego boljem zaptivanju paste.

Viapiana i sar. (102) su ispitivali poroznost i kvalitet punjenja BioRoot RCS i AH Plus paste pomoću tri različite metode. Pri rezoluciji od 9 μm , mikro CT metoda je pokazala veću poroznost BioRoot RCS paste u odnosu na AH Plus. Dobijene rezultate autori tumače manjom fluidnošću i kraćim radnim vremenom BioRoot RCS paste (103). Ono što je interesantno je da je BioRoot RCS ispoljio veću poroznost iako su parametri podešavanja voltaže cevi bili niži, što vodi tome da se

slabije vidi poroznost manje kontrastnog materijala što je u ovom slučaju BioRoot RCS (104). Metoda transportacije fluida i upotreba fluorescentnih markera nisu pokazale razliku u kvalitetu punjenja među pastama.

Među najnovijim istraživanjima je studija Pedulla i sar. (105) koji su ispitivali poroznost nove kalcijum silikatne paste GuttaFlow Bioseal (Nemačka) koja se sastoji od bioaktivne staklo keramike sa praškastom gutaperkom (106). U poredjenju sa BioRoot RCS, GuttaFlow Bioseal pasta je u svim trećinama sem u apeksnoj, imala značajno manju procentualnu zastupljenost pora. Kod GuttaFlow Bioseal paste nije bilo razlike u poroznosti po regionima dok je kod Bioroot RCS poroznost bila najveća u kruničnoj trećini.

2.2.2.2. Savojna čvrstoća

Prilikom preparacije pristupnog kaviteta i instrumentacije kanala korena ponekad dolazi do prekomernog uklanjanja dentina što može dovesti do smanjene otpornosti zuba i veće sklonosti ka frakturi (107, 108). Materijali kojima se ispunjava kanalni prostor bi trebalo da imaju adekvatna mehanička svojstva kojima će ojačati kanal korena i kompenzovati smanjenu otpornost uzrokovanu instrumentacijom (109, 110). Takođe, treba da poseduju fizička svojstva koja su slična svojstvima dentina (111).

Savojna čvrstoća je fizička veličina koja određuje otpornost materijala na deformaciju. Meri se izlaganjem uzorka definisanog poprečnog preseka delovanju sila u tri tačke, od kojih dve deluju u jednom, a treća u suprotnom smeru (eng. three-point bending) (112). Ispitivanje savojne čvrstoće daje sveobuhvatne podatke o kompresivnoj čvrstoći na gornjoj površini i zateznoj čvrstoći na donjoj površini uzorka. Usko simulira kliničku situaciju, jer je zamor tj. lomljenje uzorka kao posledica kontinuirane fleksije glavni faktor neuspeha restauracije zuba (113). Jungov modul elastičnosti, pojam koji opisuje krutost materijala, nije uslovljen dimenzijama materijala i prema Hukovom zakonu određen je odnosom sile prema naprezanju.

Vrednosti modula elastičnosti dentina su istraživali Kinney i sar. (114). Oni su pregledom literature poredili sve vrednosti koji su zabeležene u eksperimentima izvedenim od 1950. do 2003. godine. Utvrdili su da je srednja izmerena vrednost modula elastičnosti dentina bila 13,3 GPa sa standardnom devijacijom od 4,0 GPa i opsegom od 10–30 GPa. Ove razlike su pripisali strukturnom sastavu dentina (dentinski tubuli, peritubularni i intertubularni dentin), koji varira od zuba do zuba, i karakteristikama dentinskih tubula (gustina, smer i dimenzija) koje variraju u zavisnosti od njihove lokacije unutar dentina, utičući na taj način na mehanička svojstva u zavisnosti od mesta testiranja (115).

Podaci o vrednostima savojne čvrstoće pasta za punjenje kanala su oskudni, a kada su u pitanju kalcijum silikatne paste ovi podaci u literaturi nedostaju.

Walker i sar. (116) su ispitivali uticaj uslova vezivanja MTA na savojnu čvrstoću cementa. Uzorke su podelili u 4 grupe u zavisnosti od toga da li su ih ostavili da se vezuju 24h ili 72h i u zavisnosti od toga da li su ih izložili vlažnoj sredini samo sa jedne ili sa obe strane. Rezultati su pokazali da su statistički značajno veću savojnu čvrstoću imali uzorci koji su tokom 24h obostrano bili izloženi vlažnoj sredini. Vrednosti savojne čvrstoće za preostala tri uslova su bili niže i među njima nije bilo značajne razlike pa su autori dali preporuku da, u kliničkim uslovima, navlaženu vaticu preko postavljenog MTA ne treba ostavljati duže od 24h da bi se optimizirala savojna čvrstoća postavljenog cementa.

Natale i sar. (117) su ispitivali mehanička svojstva tri preparata za prekrivanje pulpe Dycal (Brazil), MTA Angelus (Brazil), Biodentin (Francuska). Kompresivna čvrstoća merena je nakon 48h i nakon 7 dana. Biodentin je ispoljio značajno više vrednosti kompresivne i savojne čvrstoće i mo-

dula elastičnosti u odnosu na MTA Angelus i Dycal. MTA Angelus i Dycal su imali slične vrednosti savojne čvrstoće dok je moduo elastičnosti bio viši kod MTA Angelus-a. Vrednosti kompresivne čvrstoće nisu značajno rasle između dva vremena merenja ni za jedan materijal. Ono što je interesantno u ovom radu je da su vrednosti kompresivne čvrstoće kalcijum silikatnih cementa niže u odnosu na vrednosti u drugim istraživanjima (118). U ovoj studiji autori su imali cilj da simuliraju kliničke uslove pri direktnom prekrivanju pulpe, uzorke nisu potapali ni u kakav medijum pa izostanak vlage smatraju glavnim krivcem nedovoljne hidratacije cementa i sledstveno lošijih rezultata kompresivne čvrstoće. Superiornost Biodentina objašnjavaju čistoćom preparata, tj izostankom aluminatne faze koja može povećati krtost materijala (Septodont (2010) Biodentine™ Scientific file. Active Biosilicate Technology™). Takođe, povoljan uticaj na mehanička svojstva imaju i dodati kalcijum karbonat koji povećava gustinu samog preparata (119) kao i hidrosolubilni polimer koji, smanjujući potrebnu količinu vode, snižava poroznost i povećava čvrstoću materijala (118).

Huang i sar. (120) su ispitivali uticaj kalcijum hidroksida i kalcijum silikatnog cementa na mehanizam ekstrakcije bioaktivnih molekula iz mineralizovanog dentina. U sklopu toga ispitali su i uticaj prolongiranog dejstva kalcijum hidroksida (3 meseca) na dentinski isečak. Ispitivanje je pokazalo da je savojna čvrstoća jednostrano tretiranog dentina nakon 3 meseca opala za 50% u odnosu na netretirani dentin. Ovi podaci su u skladu sa prethodnim studijama (121, 122) koje nalaze da se degradacijom kolagena smanjuje žilavost dentina. Ovo je prva studija koja pokazuje da je dovoljan 1 μ m degradacije kolagene površine da dođe do ekstenzivnog sniženja savojne čvrstoće dentina. Autori su u ovoj studiji pokazali da iako kolagenom degradacijom kalcijum hidroksidom i kalcijum silikatnim cementom dolazi do oslobađanja TGF β 1 faktora rasta iz dentina, prilikom postavljanja ovih materijala u kanal korena treba voditi računa o njihovom mogućem uticaju na mehanička svojstva posebno kada se radi o tankom sloju preostalog dentina.

Upotreba sredstava za uklanjanje razmaznog sloja može imati različit efekat na mehanička svojstva kalcijum silikatnih cementa. Tako 17% rastvor EDTA negativno utiče na hidrataciju MTA, snižava mikrotvrdoću i savojnu čvrstoću cementa i negativno utiče na biokompatibilnost (116). Ballal i sar. (123) su ispitivali uticaje različitih rastvora za irigaciju na mikrotvrdoću, savojnu čvrstoću i mikrostrukturu MTA. Napravljeni uzorci su potapani u jedan od četiri rastvora: QMix (mešavina hlorheksidina, EDTA, deterdženta i vode), 17% EDTA i 7% maleinsku kiselinu. Kao kontrola je korišćena destilovana voda. Najlošiji uticaj na mikrotvrdoću i savojnu čvrstoću imala je 7% maleinska kiselina. Autori ovaj rezultat pripisuju niskoj pH vrednosti ove kiseline (pH=1,3) koja uzrokuje rastvaranje još uvek nedovoljno kristalisanog kalcijum silikatnog hidrata čime se smanjuje kohezivnost kristalne strukture unutar cementa što najverovatnije vodi ka sniženoj mikrotvrdoći i savojnoj čvrstoći. Sa druge strane, najnepovoljniji uticaj na hidrataciju cementa imala je 17% EDTA. Difrakcionom analizom X zracima ustanovljen je izražen pik trikalcijum silikatne faze kod uzoraka vezanog cementa tretiranih ovim rastvorom. Ovaj pik predstavlja neizreagovale čestice praha okružene CHS gelom i portlanditom nakon hidratacije. Autori pretpostavljaju da dolazi do prekida toka hidratacije jer EDTA helira jone Ca iz MTA stvarajući Ca-EDTA komplekse. Na ovaj način, usled nedostatka dovoljne količine slobodnih Ca jona, slabi i reakcija hidratacije i oslobađanja kalcijum hidroksida i čestice trikalcijum silikata ostaju zarobljene u nedovoljno vezanom matriksu.

2.2.2.3. Rendgenkontrastnost

Rendgenkontrastnost predstavlja razliku u transparentiji, tj. optičkoj gustini dve susedne površine ekspaniranog i hemijski obrađenog filma. Nastaje kao rezultat nehomogenosti građe objekta radiografisanja zbog čega se pojedini delovi zračnog snopa različito apsorbuju (124).

Za endodontske materijale svojstvo rendgenkontrastnosti je od velikog značaja jer omogućava razlikovanje materijala od okolnog dentina i kosti kao i procenu kvaliteta punjenja (125, 126). U

brojnim studijama, rendgenkontrastnost materijala se izražava kao ekvivalent debljini aluminijuma (125-127). Internacionalna organizacija za standardizaciju (ISO) 6876 je propisala da rendgenkontrastnost endodontskih materijala treba da bude veća od 3mm debljine aluminijuma (International Standards Organization. ISO 6876) (24). ANSI/ADA No 57 zahteva da endodontski materijal treba da ispolji razliku u rendgenkontrastnosti najmanje 2mm debljine aluminijuma u odnosu na dentin ili kost (128). Kada govorimo o poređenju sa dentinom, može se reći da nema suštinske razlike između ova dva standarda obzirom na činjenicu da su istraživanja pokazala da je rendgenkontrastnost dentina oko 1mm aluminijuma (129).

Kao standard poređenja koristi se stepeničast etalon napravljen od legure aluminijuma. Standard iz 1991. godine zahtevao je čistoću legure od najmanje 99,5% jer je njegova optička gustina jednaka dentinu (124). Aluminijum ove čistoće je suviše mekan i težak za mašinsku obradu da bi se od njega mogla napraviti stepeničasta geometrija. Watts i sar. (130) su utvrdili da u ove svrhe mogu biti korišćene legure sa 98% aluminijuma sa tim da ne sadrže više od 1% gvožđa i 0,1 % bakra što se poklapa i sa današnjim ISO standardom 6876 (24). Dodatak bakra dosta olakšava proces mašinske obrade, ali i u značajnoj meri povećava stepen rendgenkontrastnosti (24).

Izražavanje rendgenkontrastnosti endodontskog materijala kroz ekvivalentnu debljinu aluminijuma omogućava poređenje rezultata rendgenkontrastnosti različitih materijala međusobno i u odnosu na susedne zubne strukture. Na ovaj način moguće je uporediti rezultate rendgenkontrastnosti iz različitih istraživanja, uz određena ograničenja koja se tiču čistoće aluminijumske legure (od koje se izrađuje etalon) i razlike u rendgenkontrastnosti gleđi i dentina koje potiču od starosti zuba i stepena njihove mineralizacije (131).

Faktori koji utiču na rendgenkontrastnost stomatoloških materijala su njihov sastav i metoda ispitivanja.

Rendgenkontrastna sredstva

Rendgenkontrastnost Portland cementa je niska i varira u opsegu od 0.86-2.02 mm Al (132-134), pa je bizmut oksid (Bi_2O_3) jedinjenje koje je dodato u MTA kao rendgenkontrastno sredstvo (57). Studije su pokazale da ProRoot MTA sa zastupljenošću bizmut oksida od 21,6 % ostvaruje rendgenkontrastnost ekvivalentnu debljini od 8mm aluminijuma (125, 135). MTA Angelus (Brazil) sadrži niži procenat bizmut oksida (14 %) i samim tim ima i niže vrednosti rendgenkontrastnosti (46, 125).

Kao što je ranije napomenuto, analizom kvantitativne difrakcije X zracima ustanovljeno je procentualno smanjenje bizmut oksida nakon hidratacije cementa sa 21,6% na 8,4% što dovodi do zaključka da bizmut oksid utiče na proces hidratacije tako što dolazi do zamene jona silicijuma bizmutom u kalcijum silikatnom hidratu (60).

Ustanovljeno je i da bizmut oksid negativno utiče na mehaničku otpornost materijala, da doprinosi većoj poroznosti materijala (61) i da ima citotoksično dejstvo (136).

Do činjenice da je bizmut oksid odgovoran za prebojavanje zuba došlo se usputnim nalazima nekih istraživanja (137, 138). Promena boje bizmut oksida iz žute u tamno braon može biti izazvana reakcijom sa natrijum hipohloritom (139) i formaldehidom (140) kao i kontaktom sa kolagenom dentina, samim tim i zubnom supstancom (141).

Sve ovo dovelo je do potrebe za alternativnim rengenkontrastnim sredstvima koja će obezbediti adekvatnu rendgenkontrastnost, bez negativnog uticaja na biološke i fizičko-hemijske osobine hidrauličnih cemenata/pasta.

Dodavanje zlatnog praha, legure srebro kalaja (125), barijum sulfata (125, 142), zirkonijum oksida (142, 143), zink oksida (125, 144), olovo oksida, bizmut subnitrata, bizmut karbonata i kalcijum tungstata (144) omogućava rengenkontrastnost veću od 3mm debljine Al.

Sa druge strane, zlato, iaoko inertno i zadovoljavajuće rendgenkontrastnosti, nema adekvatnu boju i cenu pa se nije našlo u ulozi rendgenkontrastnog sredstva hidrauličnih cemenata (125).

Barijum sulfat i neke metalne komponente kao što je legura srebro-kalaja, su se izluživali u rastvor zbog čega nisu podobni za upotrebu (145).

U sastavu većine kalcijum silikatnih pasta (BioRoot RCS, EndoSequence BC, TotalFill BC, iRoot, Bio-C sealer), nalazi se cirkonijum oksid. Tantalum oksid je u svojstvu rengenkontrastnog sredstva dodat biokeramičkom cementu pod nazivom BioAggregat (Kanada).

Cirkonijum oksid (ZrO_2) je svojom rendgenkontrastnošću postao adekvatna zamena bizmut oksidu, bez negativnog uticaja na proces hidratacije (146). Dokazano je da je dodavanje mikro i nano čestica cirkonijum oksida Portland cementu dovelo do stvaranja cementa sa većom kompresivnom čvrstoćom i manjom zapaljenskom reakcijom u tkivu u odnosu na cement koji sadrži bizmut oksid (147). Osim toga, upotreba cirkonijum oksida umesto bizmut oksida smanjuje diskoloraciju zuba (146, 148). Utvrđeno je da cirkonijum oksid poseduje svojstvo bioaktivnosti; u kontaktu sa simuliranom tkivnom tečnošću dovodi do stvaranja precipitata koji prethodi formiranju apatitnog sloja (149).

Kalcijum tungstat ($CaWO_4$) je takođe alternativno rendgenkontrastno sredstvo koje kada se doda Portland cementu sa udelom od 20% ispoljava adekvatnu rendgenkontrastnost od 3.41 mm Al (144). Sa ovakvom zastupljenošću kalcijum tungstatata kod Portland cementa je došlo do oslobađanja jona kalcijuma i stvaranja alkalnog pH (56). Takođe, Marciano i sar. su ustanovili da kalcijum tungstat, dodat Portland cementu, ne dodvodi do diskoloracije zuba (141). AH Plus pasta koja je preparat na bazi epoksi smole u svom sastavu takođe, pored cirkonijum oksida, sadrži i kalcijum tungstat kao rendgenkontrastno sredstvo.

Niobijum je prelazni metal koji se u formi oksida može dodati pastama za punjenje kanala kao rendgenkontrastno sredstvo (59). Studije su pokazale da dodavanje niobium oksida (Nb_2O_5) Portland cementu dovodi do skraćivanja vremena vezivanja i da u rastvoru ostvaruje visok pH (150). Niobijum oksid dodat kalcijum silikatnom cementu doprinosi adekvatnoj rengenkontrastnosti (151) i većoj mikročvrstoći materijala (152).

Viapiana i sar. (59) su radili karakterizaciju i ispitivanje bioaktivnosti eksperimentalnih pasta za punjenje kanala baziranih na Portland cementu i epoksi smoli sa dodatkom nano i mikro čestica niobijum ili cirkonijum oksida. U kontrolnoj grupi su ispitivali AH Pus i MTA Fillapex pastu. Rendgenkontrastna sredstva su dodavana Portland cementu sa masenim udelom od 30% i zatim mešana sa epoksi smolom u odnosu 5:3 kod mikročestica ili u odnosu 5:4 kod nanočestica. Najveću rendgenkontrastnost je pokazala eksperimentalna pasta sa mikročesticama niobijuma (3mm Al), ostale paste su imale rengenkontrastnost nižu od 3mm Al. Kontrolne AH Plus i MTA Fillapex su imale rendgenkontrastnost od 18,4 i 3,9 mm Al.

Metode izračunavanja rendgenkontrastnosti

Među istraživanjima koja se bave ispitivanjem rendgenkontrastnosti endodontskih materijala često postoje razlike kao što su: broj napravljenih uzoraka, parametri rendgenske cevi (jačina struje i napon), vreme ekspozicije i udaljenost objekta od izvora zračenja. Štaviše, tumačenje rendgenkontrastnosti materijala u ekvivalentnu debljinu aluminijuma se isto može raditi na više načina:

- ručno pomoću optičkog denzitometra – gde se pravi kriva u odnosu na debljinu optičke gustine, a srednja vrednost optičke gustine materijala usklađuje sa ekvivalentnom debljinom aluminijuma na krivi.
- digitalno:
 - i) ručno urađene slike se skeniraju i digitalizuju (153)
 - ili
 - ii) upotrebom digitalnih rendgenskih filmova.

Digitalno znači da se koristi specijalizovani softver za određivanje debljine aluminijuma koja odgovara rendgenkontrastnosti materijala.

Ove razlike dovele su do pojave širokog spektra izmerenih vrednosti rendgenkontrastnosti za isti materijal kao što je npr. slučaj sa belim ProRoot MTA-om, za koji se u literaturi navodi da ima rendgenkontrastnost u rasponu od 2,1 - 8,5mm Al (154-156).

Pregledom literature može se videti da se vrednosti rengenkontrastnosti kalcijum silikatnih pasta takođe razlikuju. Za MTA Fillapex vrednosti variraju od 9,4mm Al (146), preko 7,17mm Al (106), do 3,9mm Al (59).

EndoSequence BC (SAD), iRoot SP (Kanada) i TotalFill BC (Švajcarska) su, kao što je već napomenuto, materijali identičnog hemijskog sastava (31). Rendgenkontrastnost ovih materijala se kreće od 4,7 mm Al za EndoSequence BC (157) do 6,1 mm Al za Total Fill BC (158).

Khalil i sar. su u svom istraživanju ustanovili rendgenkontrastnost BioRoot RCS-a u vrednosti 8,3 mm Al (159).

Rendgenkontrastnost se pored preračunavanja u ekvivalentnu debljinu aluminijuma može računati i kao koeficijent slabljenja (atenuacije). Prema Nomoto i sar., merenjem koeficijenta atenuacije dobijaju se podaci o pravom svojstvu materijala što predstavlja precizniji pristup određivanju rendgenkontrastnosti. Iako je metod preračunavanja u ekvivalentnu debljinu aluminijuma češće korišćen, on zahteva dodatnu fazu koja može povećati grešku izračunate vrednosti (160).

2.2.2.4. Bioaktivnost

Materijal se može smatrati bioaktivnim ako izaziva pozitivan odgovor domaćina (BSI 2007) (161) tj. ima sposobnost da izazove biološki odgovor na svojoj površini i da indukuje stvaranje veze između tkiva i materijala (162). Koncept bioaktivnosti je usko povezan sa biointeraktivnošću, odnosno sposobnošću razmene informacija u biološkom sistemu (BSI 2007) (161). To znači da bioaktivni materijal hemijski reaguje sa telesnim tečnostima na način kompatibilan sa procesima reparacije tkiva.

U tom smislu, hidraulični kalcijum silikatni ispoljavaju svojstvo bioaktivnosti, imaju sposobnost oslobađanja hidroksilnih jona (OH⁻) i jona kalcijuma (Ca²⁺) kao i sposobnost da u kontaktu sa tkivnim tečnostima bogatim fosfatima stvore sloj sličan apatitu (17-19, 21, 163).

Procesi hidratacije i precipitacije se odvijaju u nekoliko faza. U prvoj fazi dolazi do hidratacije kalcijum silikatnih čestica. Reakcijom jona Ca²⁺ iz cementa sa OH⁻ jonima iz vode stvara se kalcijum hidroksid (portlandit) što dovodi do stvaranja visoko alkalne sredine (33). U drugoj fazi dolazi do formiranja kalcijum silikatnog hidrata (CHS). Katjonskom razmenom, povećava se koncentracija OH⁻ jona u rastvoru. Oni napadaju kalcijum silikatne čestice što dovodi do hidrolize ortosilikatne grupe (SiO₄⁻) u alkalnoj sredini. Dolazi do stvaranja amorfnog kalcijum silikatnog hidrata sa silanol grupama (Si-OH) koje predstavljaju glavnu vezujuću fazu u cementom matriksu. U trećoj fazi dolazi do vezivanja jona Ca²⁺ za kalcijum silikatni hidrat. Deprotonizacijom silanol grupa u alkalnoj sredini, površina CHS-a postaje negativno naelektrisana, pa SiO⁻ grupe privlače pozitivno naelektrisane jone Ca²⁺ i površina vezanog cementa postaje pozitivno naelektrisana. U četvrtoj fazi dolazi do pre-

cipitacije amorfnog kalcijum fosfata. Potapanjem vezanog kalcijum silikatnog cementa u fosfatima bogat rastvor dolazi do prezasićenja kalcijumovim (Ca^{2+}) i fosfatnim jonima (HPO_4^{2-}) što dovodi do formiranja prekursora amorfnog kalcijum fosfata koji ima ulogu pre nukleacionog klastera. Posednja je faza nukleacije i transformacije kalcijum fosfata u apatit. Amorfnu kalcijum fosfat se vremenom, u prisustvu nukleacione površine kalcijum silikatnog hidrata, transformiše u karbonatni apatit (164) koji predstavlja biološku fazu apatita prisutnog u kosti, hrskavici, gleđi i dentinu (165).

Sarkar i sar. (19) su prvi dokazali stvaranje apatitnog sloja duž međuspoja cementa i dentina tako što su stavili sivi MTA na dentin i potopili u fosfatni rastvor na 2 meseca. Ustanovili su da je međupovršinski sloj čvrsto priljubljen uz dentinske zidove bez prisutnih praznina i zjapova.

Prisustvo sličnog sloja na spoju cementa i dentina su zapazili i Reyes-Carmona i sar. (18) nakon što su ProRoot MTA, MTA Branco i MTA BIO potopili u fosfatni rastvor na 2 meseca.

Han i Okiji (166) su u kanale goveđih sekutića nakon instrumentacije i irigacije (EDTA- i NaOCl) postavili Biodentin i beli ProRoot MTA nakon čega su ih potopili u fosfatni rastvor na 3 meseca. Pored prisustva kristala apatita na površini uočili su i prisustvo prstolikih produžetaka koji prodiru u dentinske kanaliće.

Konfokalnom laser mikroskopijom, Atmeh i sar. (27) su spoj hidrauličnog cementa i dentina prvi opisali kao "mineralima infiltrisanu zonu" (engl. mineral infiltration zone). U ovoj interakciji, visoko kaustični produkti hidratacije kalcijum silikatnog cementa su odgovorni za degradaciju kolagene komponente intertubularnog dentina čime nastaje porozni dentin koji omogućava propuštanje visokih koncentracija kalcijumovih, hidroksilnih i karbonatnih jona što dovodi do formiranja hipermineralizovanog sloja. Ovaj proces je nazvan alkalno (kaustično) nagrizanje, da bi se razlikovao od kiselinskog nagrizanja koje se dešava pri upotrebi dentalnih adheziva i glasjonomer cemenata.

Iako mineralima infiltrisana zona omogućava „vezivanje“ kalcijum silikatnog cementa za dentin, pretpostavlja se da je ovaj spoj veoma krut obzirom da je alkalnim nagrizanjem razgrađen kolagen tip 1, a on je taj koji je odgovoran za žilavost dentina (167). Pokazano je da izrazito mineralizovan dentin (visoka razmera minerala i kolegena) ispoljava nižu savojnu čvrstoću i otpornost na frakturu (168).

Visok pH dovodi do ubrzanja procesa nukleacije apatita (169), koji dalje doprinosi boljem zatvaranju na spoju material /dentin (18, 19) i zatvaranju dentinskih tubula (21).

Izražena alkalnost je povezana sa antimikrobnom aktivnošću materijala na bazi kalcijum silikata (170) posebno u odnosu na *Enterococcus faecalis* koji može zaostati nakon hemo-mehaničke preparacije kanala korena (171). U literaturi se može videti da je EndoSequence BC ispoljio alkalne pH vrednosti od 10,31 i 11,16 merenjem 3h i 24 h nakon mešanja (172). Zhou i sar. su takođe izmerili visoke pH vrednosti Endosequence BC paste 3 minuta ($\text{pH} = 11$) i 24 h nakon mešanja ($\text{pH} = 12$) (173).

Poggio i sar. (174) su merili pH vrednosti kalcijum silikatanih pasta i AH Plus paste 3h i 24 h nakon mešanja. BioRoot RCS je u oba vremena imao najviši pH (11,25 i 11,43), sledi TotalFill BC sa vrednostima pH od 10,06 i 10,67. MTA Fillapex je nakon trećeg sata dostigao pH vrednost od samo 7,68 dok je ona nakon 24h blago porasla na 8,02. Kod AH Plus paste je zabeležen pad pH vrednosti sa 8,08 posle 3h na 7,78 nakon 24h.

U istraživanju Zordan-Bronzela i sar. (158), TotalFill BC je u svim ispitivanim vremenima (1.,7.,14., 21. dan) ispoljio najviši pH (od 10,38 do 9,68). Odmah iza njega je bila Bio C pasta (od 9,65 do 9,18), dok je AH Plus ostvario najniži pH u svim eksperimentalnim vremenima (od 6,66 do 6,23).

U studiji Lee-a i sar. (175), EndoSeal MTA i MTA Fillapex su pokazali konstantan porast pH vrednosti tokom prvih 24 h od početka mešanja. EndoSeal MTA je tokom ovog perioda pokazao visoko alkalne vrednosti od 10,41 u 3. minutu nakon mešanja do 10,90, 24 h nakon mešanja. MTA

Fillapex je ispoljio niže pH vrednosti za ista vremena merenja (od 8,50 do 10,02). Kod AH Plus paste, u prvih 24 h vrednosti pH su varirale i kretale su se od 9,33 do 8,68.

Urban i sar. (176) su pratili pH vrednosti kalcijum silikatnih pasta u destilovanoj vodi i u fosfatnom rastvoru u različitim vremenskim periodima (12h, 14 dana, 1, 2,4, 6 meseci). Primećen je kontinuirani pad pH vrednosti u svim grupama tokom vremena. U poređenju sa MTA Fillapex i AH Plus pastom, BioRoot RCS je ispoljio najviši pH u oba medijuma i u svim intervalima. Nakon 12h, pH vrednost BioRootRCS paste je iznosila 12,1 dok je nakon 6 meseci ova vrednost iznosila 10,3. U fosfatnom puferu su za iste vremenske intervale vrednosti bile malo niže (11,4 i 7,5). AH Plus pasta je imala najniže pH vrednosti (od 9,3 do 6,3 u destilovanoj vodi, i od 7,6 do 7,3 u fosfatnom puferu). Iako su sve pH vrednosti bile više u destilovanoj vodi, autori smatraju da su relevantne vrednosti one dobijene u fosfatnom rastvoru jer više odgovaraju kliničkim uslovima. Takođe, nakon 4 meseca u fosfatnom rastvoru je jedino BioRoot RCS imao alkalne vrednosti, dok su ostale dve paste imale vrednosti ispod $\leq 7,4$.

Pregledom literature se nedvosmisleno može zaključiti da oslobođeni kalcijumovi i hidroksilni joni predstavljaju epigenetske signale za različite humane ćelije koje učestvuju u procesu mineralizacije kao što su mezenhimne stem ćelije (177), osteoblasti (178), cementoblasti

(179) i fibroblasti (180) kao i za indukciju pozitivnog biološkog odgovora u reparatnim procesima tvrdih tkiva (106).

Nedavna *in vitro* istraživanja su pokazala da kalcijum silikatne paste smanjuju sekreciju proinflammatoryh citokina (IL-6, TNF), inhibiraju migraciju i aktivnost ćelija zapaljenja, stimulišu proliferaciju periodontalnih fibroblasta i ekspresiju faktora rasta (TGF- β 1 i BMP-2) koji stimulišu diferencijaciju stem ćelija periapikalnog tkiva u cementoblaste i osteoblaste. Dobijeni rezultati sugerisu da zahvaljujući alkalnom pH, odnosno oslobađanju Ca i OH jona, ali i samom sastavu pasta, pre svega sadržaju Si jona, ove paste deluju antiinflamatorno i stimulišu regeneraciju periapikalnog tkiva (49, 181, 182).

2.2.2.5. Jačina veze sa dentinom

Kvalitetna veza kanalnog punjenja sa zidovima kanala korena je jedan od preduslova za uspešan ishod endodontske terapije. Adekvatna adhezija kanalnog punjenja onemogućava stvaranje pukotina i perkolaciju tečnosti na spoju paste i dentina ili paste i osnovnog kanalnog punjenja (183). Važnost veze kanalnog punjenja sa dentinom posebno dolazi do izražaja u dinamičnim uslovima (mastikacija, operativni zahvati na zubu) kada je neophodno sprečiti dislokaciju endodontskog materijala i samim tim onemogućiti mikrocurenje iz koronarnog ili apikalnog pravca (184).

Takođe, poslednjih godina sve veći značaj dobijaju studije o ishodima endodontske terapije na osnovu subjektivne procene pacijenata (185). Pacijenti percipiraju uspešnost terapije na osnovu određenih parametara kao što su rezolucija otoka, prestanak bola, oporavak stanja usne duplje i povratak svakodnevnim aktivnostima. Sa tim u vezi, važan je odabir kanalnog punjenja dobrih mehaničkih svojstava koje će voditi povoljnom ishodu endodontske terapije bez komplikacija i potencijalnih retretmana što će omogućiti psihičku i emotivnu stabilnost pacijenata (186). Za ispitivanje jačine veze kanalnog punjenja sa dentinom koristi se test smicanja ili *push-out* metoda. Svoju prvobitnu primenu u biomedicini ova metoda je imala pre četiri decenije kada se njom ispitivala adhezivnost kosti za ortopedске implante (187). U stomatologiji je prvi put korišćena za ispitivanje jačine veze restaurativnih materijala sa kruničnim dentinom (188), a danas ima široku primenu u merenju jačine veze kanalnih kočica sa zidom kanala korena (189).

Tokom poslednje dve decenije ova metoda se koristi za ispitivanje jačine veze kanalnog punjenja i dentina kanala korena (190, 191). Smatra se da su uslovi ispitivanja ovom metodom komparabilni sa kliničkim uslovima (192). Prvobitno su kanali preparisani, punjeni pastom i gutaperkom, pa

zatim transferzalno sečeni da bi se dobili iseći dentina standardizovane debljine koji su potom podvrgnuti testu smicanja (22). Međutim, ustanovljeno je da su rezultati ispitivanja jačine veze kanalnog punjenja sa dentinom najrelevantniji kada se kanali pune samo pastom, bez gutaperke. Gutaperka, svojom deformacijom, može dovesti do iregularne distribucije sila prilikom opterećenja (193), tako da se njenim izostavljanjem eliminišu potencijalno kompromitujući uticaji (194).

Modifikovan je i način pripreme uzoraka tako što su se od jednokorenih zuba isecali iseći na zadatim nivoima zuba. Zatim bi se, dijamantskim cilindričnim svrdlom, ispreparisao otvor u predelu kanala korena gde je onda postavljen zamešani endodontski materijal/pasta (191). Uzorci su pod pravim uglom izloženi odgovarajućoj sili, simulirajući uslove u usnoj duplji (195).

Prednost ovakve, standardne, push-out metode je što se od jednog korena zuba može dobiti više uzoraka (196). Sa druge strane, kako se otvori na dentinskim diskovima dobijaju preparacijom prirodnih kanala koji mogu imati veoma nepredvidivu morfolgiju, jako je teško standardizovati uzorke (197). Takođe, ovakvim postupkom se mogu javiti poteškoće jer prirodni korenovi nisu idealno pravi pa je odstupanje od vertikalne ravni neminovnost. Ustanovljeno je da zakrivljenost od 5° u odnosu na vertikalnu osu dovodi do frikcionog otpora koji može uticati na krajnje vrednosti push-out testa (195). Isto tako, progresivno smanjivanje kanala, od kruničnog ka apeksnom delu, podrazumeva upotrebu utiskivača različitih veličina obzirom da je neophodno da utiskivač zauzme maksimalnu moguću površinu materijala, optimalno između 70% i 90% (195).

Sa ciljem da se poveća interna validnost i ostvari pouzdano polazište za ispitivanje jačine veze, Scelza i sar. (197) su 2015. god predložili nov model pripreme uzoraka za push-out metod. Na diskovima dobijenim poprečnim sečenjem korenova gornjih centralnih sekutića pravili su arteficialne otvore dijamantskim cilindričnim svrdlom promera 1.2 mm sa minimalnim međusobnim rastojanjem od 1mm. Varijabilnosti porekla dentina kao što su starost zuba, količina i distribucija sklerotičnog dentina, elastičnost i mikrotvrdoća dentina (192, 198-200) su ovim modelom pripreme uzoraka praktično isključene.

U nekoliko ranijih studija autori su takođe pokušavali da eliminišu uticaj dentina time što su na longitudinalnim presecima korenskog dentina pravili otvore (192, 201, 202). Sa stanovišta prodora paste u dentinske kanaliće, i njenog uticaja na jačinu veze sa dentinom kanala korena, koncept transferzalnih dentinskih diskova je klinički prihvatljiviji (197).

Poslednjih godina istraživanja se sprovode na goveđim zubima. Soares i sar.(203) su u svojoj meta-analizi ustanovili da goveđi zubi predstavljaju zadovoljavajuću zamenu za ljudske zube za ispitivanje jačine veze materijala sa gleđi i dentinom.

Silva i sar .(204) su ispitivali da li goveđi zubi mogu zameniti humane za ispitivanje jačine veze kanalnih pasta sa dentinom korena zuba. Napravili su poprečne isečke, ljudskih i goveđih sekutića, debljine 1mm. U svakom isečku napravljena su po tri otvora koji su nakon irigacije napunjeni pastama AH Plus, MTA Fillapex i TotalFill BC. Jačina veze je merena nakon što su uzorci bili 7 dana potopljeni u fosfatni rastvor. Ustanovili su da dentinski supstrat nije imao uticaja na ponašanje pasta. U obe grupe, AH Plus je ostvario statistički značajno jaču vezu u odnosu na MTA Fillapex i TotalFill BC. Isto tako je i TotalFill BC u obe grupe imao značajno veće vrednosti u odnosu na MTA Fillapex. Autori su zaključili da bi se upotrebom goveđih zuba, životinja iste starosti i navika u ishrani, moglo otići korak dalje u standardizaciji uzoraka i minimiziranju uticaja varijabilnosti dentina na vrednosti push-out testa. Takođe, goveđe zube je jednostavnije nabaviti i oni su, zbog svoje veličine, lakši za rukovanje (2).

Obzirom na to da broj i veličina dentinskih tubula može uticati na dislokaciju materijala (205), Ulusoy i sar. (206) su ispitivali jačinu veze Biodentina (Francuska) i BioAggregata (Kanada) na uzorcima različite debljine dentina. Na poprečnim presecima centralnih sekutića debljine 1mm, pravljene su otvori tako da preostala debljina dentina bude 0.75mm, 1.5mm i 2.25 mm. Ustanovili su da je

Biodentin ispoljio značajno veću otpornost na dislokaciju u odnosu na BioAggregat. Nevezano od materijala, kod uzoraka sa manjom debljinom preostalog dentina (0.75 mm) zabeležena je značajno slabija veza u odnosu na preostale dve grupe. Obzirom na činjenicu da se od pulpe ka periferiji smanjuje gustina dentinskih tubula (207), manja je mogućnost stvaranja produžetaka (engl. „tag-like structures“) kalcijum silikatnih materijala, unutar dentinskih tubula, što vodi do slabijeg marginalnog zaptivanja (166) čime autori i tumače dobijene rezultate.

Sagsen i sar. (22) su ispitivali otpornost prema dislokaciji pasta: AH Plus, MTA Fillapex i iRoot SP. Nakon instrumentacije, opturacije kanala pastom i gutaperkom metodom lateralne kondenzacije i vezivanja paste u kanalu, korenovi su sečeni da bi se dobila po tri isečka iz krunične, srednje i apeksne trećine. AH Plus i iRoot SP su imali značajno veću otpornost na dislokaciju u odnosu na MTA Fillapex. Sve tri paste su u srednjoj i apeksnoj trećini ostvarile jaču vezu sa dentinom u odnosu na kruničnu trećinu. Autori su ove rezultate objasnili promenama u dentinskoj strukturi od kruničnog ka korenskom delu i dubljim prodorom paste usled razvijanja jačih sila pri lateralnoj kompaktaciji u ovim delovima korena.

U sličnoj studiji, Tedesco i sar. (208) ispitivali su otpornost na dislokaciju AH Plus, MTA Fillapex, Endofill (na bazi zink oksida) i Sealapex (na bazi kalcijum hidroksida) paste. Korenovi, napunjeni gutaperkom i pastom metodom lateralne kompaktacije, su krunično zatvoreni privremenim cementom i potopljeni u destilovanu vodu 7 dana (1. podgrupa) ili u fosfatni rastvor 60 dana (2. podgrupa). Najjaču vezu sa dentinom ostvarila je AH Plus pasta u obe podgrupe. Region je imao uticaja na jačinu veze samo posle 7 dana kod AH Plus paste, pa je jača bila veza u apeksnoj trećini u odnosu na ostale trećine. U drugom vremenu merenja nije bilo razlike u jačini veze nezavisno od vrste paste. Superiornost AH Plus paste autori objašnjavaju kovalentnom vezom koju ostvaruju epoksidni prsten iz smola paste i amino grupe iz kolagena dentina (209). Takođe smatraju da na jaču vezu u apeksnoj trećini pored frikcionog otpora u ovom regionu utiče i površinski napon paste i njena sposobnost da proдре u dentin (210).

Uticaj razmaznog sloja na jačinu veze EndoSequence BC i AH Plus paste sa dentinom, ispitivali su Shokouhinejad i sar. (211). U grupama gde razmazni sloj nije uklonjen, kanali su ispirani 5.25% NaOCl dok su u grupama gde je uklonjen, kanali ispirani 17% rastvorom EDTA, pa potom 5.25% NaOCl. Nakon vezivanja pasta su, iz srednje trećine kanala, isečeni dentinski diskovi koji su zatim izlagani opterećenju na univerzalnom meraču sile. Rezultati su pokazali da razmazni sloj nije imao uticaja na jačinu veze pasta sa dentinom. Iako je AH Plus pasta ostvarila jaču vezu, ova razlika nije bila statistički značajna.

Neelakantan i sar. (212) su poredili efekte različitih protokola za irigaciju na jačinu veze 3 kalcijum silikatne paste nakon 7 dana i 3 meseca. Najznačajniji rezultati govore da su EndoSequence BC i MTA Plus paste ostvarile značajno jaču vezu od Tech Bioseal Endo paste pri protokolima irigacije i) NaOCl+editronska kiselina i ii) NaOCl+QMix (mešavina EDTA i hlorheksidina). Jačina veze je značajno porasla vremenom kod MTA plus i EndoSequence BC pri 2 gorepomenuta protokola irigacije. Utvrđeno je da je efikasnost uklanjanja razmaznog sloja kontinuiranom helacijom (NaOCl + editronska kiselina) komparabilna sa efikasnošću EDTA (213). Interesantno je da je protokolom kontinuirane helacije, ostvarena jača veza u odnosu na ispiranje samo sa EDTA. Poznato je da EDTA snižava tvrdoću i savojnu čvrstoću MTA (214) ali i da snižava njegovu otpornost prema dislokaciji i marginalnu adaptaciju. (215, 216). Autori zaključuju da je moguće da editronska kiselina ne utiče negativno na proces hidratacije kod kalcijum silikatnih cemenata kao što to čini EDTA. Takođe smatraju da, iako su kanali nakon svih protokola irigacije isprani destilovanom vodom, na razliku u jačini veze utiču tragovi ispiraća koji ipak mogu zaostati u kanalu. U tom smislu predlažu ultrazvučnu aktivaciju završnog irigansa (217).

Nagas i sar. (218) su ispitivali uticaj intrakanalne vlage na otpornost različitih pasta na dislokaciju. Nakon irigacije, kanali su podeljeni u 4 grupe. Prvu grupu činili su suvi kanali (ispiranje eta-

nolom, sušenje papirnim poenima), drugu grupu su činili normalno vlažni kanali (sušenje papirnim poenima), treću grupu vlažni kanali (sušenje vakuum adapterom 5s) i četvrtu grupu mokri kanali koji nisu sušeni već je ostavljena voda u kanalu. Nezavisno od uslova u kanalu, iRoot SP je ostvario najjaču vezu u poređenju sa AH Plus, MTA Fillapex i Epiphany. Autori ovo objašnjavaju njegovim izrazito malim česticama i odličnom viskoznošću koja omogućava ulazak iRoot paste u dentinske tubule. Takođe, jača veza sa dentinom mogla bi se objasniti i dimenzionalnom stabilnošću iRoot SP paste koja je posledica njenog hemijskog sastava (219). Najslabiju vezu sve paste su ostvarile u mokrim, pa zatim u suvim kanalima. Ovo govori u prilog tome da, nezavisno od sastava paste, u kliničkim uslovima, ekstremne uslove u kanalu pre punjenja treba izbegavati.

DeLong i sar. (220) su ispitivali uticaj tehnike opturacije (monokona tehnika i topla kondenzacija System B (SAD)) na jačinu veze EndoSequence BC i MTA Plus paste. U kontrolnoj grupi ispitivana je jačina veze AH Plus paste monokonom tehnikom. Najjaču vezu je ostvarila EndoSequence BC pasta u kombinaciji sa monokonom tehnikom punjenja. Tehnika punjenja je značajno uticala na vezu sa dentinom kod MTA Plus paste, pa autori zaključuju da treba pratiti preporuku proizvođača i koristiti je sa monokonom tehnikom punjenja. Iako je kod EndoSequence BC paste jača veza ostvarena monokonom tehnikom, nije dobijena statistički značajna razlika u odnosu na System B što autori tumače velikom standardnom devijacijom u drugoj grupi. Lošiji rezultati kod tople kondenzacije mogu se objasniti i isparavanjem vode iz kalcijum silikatnih pasta na visokim temperaturama (103, 221).

U studiji Carvalho i saradnika (222) metodom diska sa više otvora je ispitivan uticaj različitih rastvora za uklanjanje razmaznog sloja na jačinu veze kalcijum silikatnih pasta: 17% EDTA, 2.25% peracetatne kiseline i 10% limunske kiseline. Uzorci su držani u fosfatnom puferu 7 i 30 dana. Rezultati su pokazali da rastvori i vreme potapanja nisu imali uticaj na jačinu veze pasta sa dentinom. Pasta na bazi epoksi smole je ostvarila značajno jaču vezu sa dentinom u odnosu na kalcijum silikatne paste. Uticaj helatnih sredstava nije ograničen samo na razmazni sloj, već ima uticaj i na dentinske zidove kanala korena (213), menjajući proporciju dostupnih jona kalcijuma i fosfora (Ca:P). Takođe eksponiraju se kolagena vlakna i smanjuje se tvrdoća dentina (223). Autori smatraju da ove promene mogu imati uticaja na adhezivnost kalcijum silikatnih pasta koje za proces biomineralizacije koriste Ca jone prisutne u dentinu.

Silva i sar. (224) su na istom dentinskom modelu ispitivali jačinu veze nove kalcijum silikatne paste sa dodatkom pozzolan cementa (EndoSeal MTA), MTA Fillapex i AH Plus paste. Čestice pozzolan cementa su dodate ovoj prezamešanoj pasti dostavljenoj u hermetički zatvorenom špricu da bi se povećala fluidnost, dobila adekvatna konzistencija za rad i smanjilo vreme vezivanja (163, 225). Najjaču vezu sa dentinom je ostvarila AH Plus pasta, dok je EndoSeal ostvario značajno jaču vezu u odnosu na MTA Fillapex. Superiorniju vezu AH Plus paste sa dentinom objašnjavaju formiranjem kovalentne veze ali i niskim polimerizacionim stresom, dugotrajnom stabilnošću i efikasnom kohezijom između molekula koja povećava mikroretenciju ove paste za dentinske zidove kanala korena (209, 226, 227).

3. CILJ

Cilj istraživanja je bio da se ispitaju fizička i hemijska svojstva kalcijum silikatnih (KS) pasta za punjenje kanala korena.

U skladu sa osnovnim ciljem definisani su sledeći zadaci:

1. Ispitati poroznost KS pasta metodom mikro-kompjuterizovane tomografije u dva vremenska intervala
2. Ispitati savojnu čvrstoću KS pasta
3. Ispitati rendgenkontrastnost KS pasta
4. Odrediti pH vrednosti izlužaka vezanih KS pasta u različitim vremenskim intervalima
5. Ispitati jačinu veze KS pasta sa dentinom kanala korena konvencionalnom metodom i metodom „dentinskog diska“ kao i uporediti ove dve metode

Nulte hipoteze su glasile:

- Ne postoji statistički značajna razlika u poroznosti ispitivanih pasta u odnosu na tri faktora: region zuba, vreme merenja i vrsta paste
- Ne postoji statistički značajna razlika među pastama u vrednostima savojne čvrstoće
- Ne postoji statistički značajna razlika u pogledu rendgenkontrastnosti ispitivanih pasta
- Ne postoji statistički značajna razlika među pastama u pH vrednostima merenim u istim i u različitim vremenskim intervalima
- Ne postoji statistički značajna razlika u vrednostima jačine veze ispitivanih pasta sa dentinom u odnosu na faktore: vrsta paste i metoda

4. MATERIJAL I METODE

Istraživanje je realizovano u Laboratoriji za ispitivanja dentalnih materijala na Klinici za bolesti zuba i endodonciju Stomatološkog fakulteta Univerziteta u Beogradu i u Laboratoriji za antropologiju Medicinskog fakulteta Univerziteta u Beogradu. Istraživanje je odobreno od strane Etičkog odbora Stomatološkog fakulteta Univerziteta u Beogradu (Protokol br. 36/15, 21/06/2016). U istraživanje su uključene tri KS paste i pasta na bazi epoksi smole koja je korišćena kao kontrolni materijal. Naziv, proizvođač i sastav pasta su dati u tabeli 2.

Tabela 2. Sastav pasti korišćenih u istraživanju

PASTA ZA KANALNO PUNJENJE	PROIZVOĐAČ	SASTAV*
BioRoot RCS (Skrraćeno: BR)	Septodont, Saint Maur Des Fosses, Francuska	Prah: tri-kalcijum silikat, cirkonijum oksid, pomoćni sastojci Tečnost: vodeni rastvor kalcijum hlorida, pomoćni sastojci
EndoSequence BC (Skrraćeno: BC)	Brassler, Savannah, GA, SAD	Cirkonijum oksid, kalcijum silikati, kalcijum fosfat monobazni, kalcijum hidroksid, punioci, sredstva za zgušnjavanje
MTA Fillapex (Skrraćeno: MTA)	Angelus, Londrina, PR, Brazil	Salicilatna smola, smola za razblaživanje, prirodna smola, bizmut trioksid, nanočestice silike, MTA, pigmenti
AH Plus (Skrraćeno: AH)	Dentsply DeTrey, Konstanz, Nemačka	Pasta A: bisfenol A epoksi smola, bisfenol F epoksi smola, kalcijum tungstat, cirkonijum oksid, silika, pigmenti oksida gvožđa Pasta B: dibenzil diamin, aminoadamantan, triciklodekan-diamid, kalcijum tungstat, cirkonijum oksid, silika, silikonsko ulje.

* Preuzeto iz dokumentacije proizvođača

Paste su mešane prema uputstvu proizvođača.

AH: Nakon istiskivanja podjednake količina paste A i paste B na staklenu pločicu, pasta je mešana metalnom špatulom do dobijanja homogene konzistencije.

MTA: Mešanje paste je ostvareno zahvaljujući jednokratnom vrhu za samomešanje koji je adaptiran na dvostruki špric sa pastama (baza + katalizator).

BR: Na papirnoj podlozi je zamešana jedna merica praha sa pet kapljica tečnosti plastičnom špatulom.

BC: Pasta je dostavljena u jednom špricu, a za pravljenje uzoraka je korišćen jednokratni aplikator koji se postavlja direktno na špric.

Kompletna statistička analiza urađena je u programu Minitab 16 (Minitab Inc, State College, PA). Pre izvođenja analiza potvrđeni su kriterijumi, normalnost raspodele i homogenost varijanse.

U slučaju odstupanja podaci su transformisani primenom funkcija ln ili sqrt kako bi bili ispunjeni uslovi za parametarsko testiranje. Nivo značajnosti je u svim analizama bio 0,05.

4.1. Ispitivanje poroznosti metodom mikro-kompjuterizovane tomografije (μ CT)

4.1.1. Priprema uzoraka

Istraživanje je realizovano na 16 humanih, ekstrahovanih, maksilarnih sekutića. Zubi su ekstrahovani iz parodontoloških ili protetskih razloga. Nakon ekstrakcije i uklanjanja zaostalog debrisa, zubi su do početka studije držani u 0,2% rastvoru timola na temperaturi od +4°C. Iz studije su isključeni zubi sa karijesom korena, ispunima, nezavršenim rastom korena, i internim ili eksternim resorpcijama. Prisustvo internih resorpcija je utvrđivano na osnovu preoperativnih radiograma.

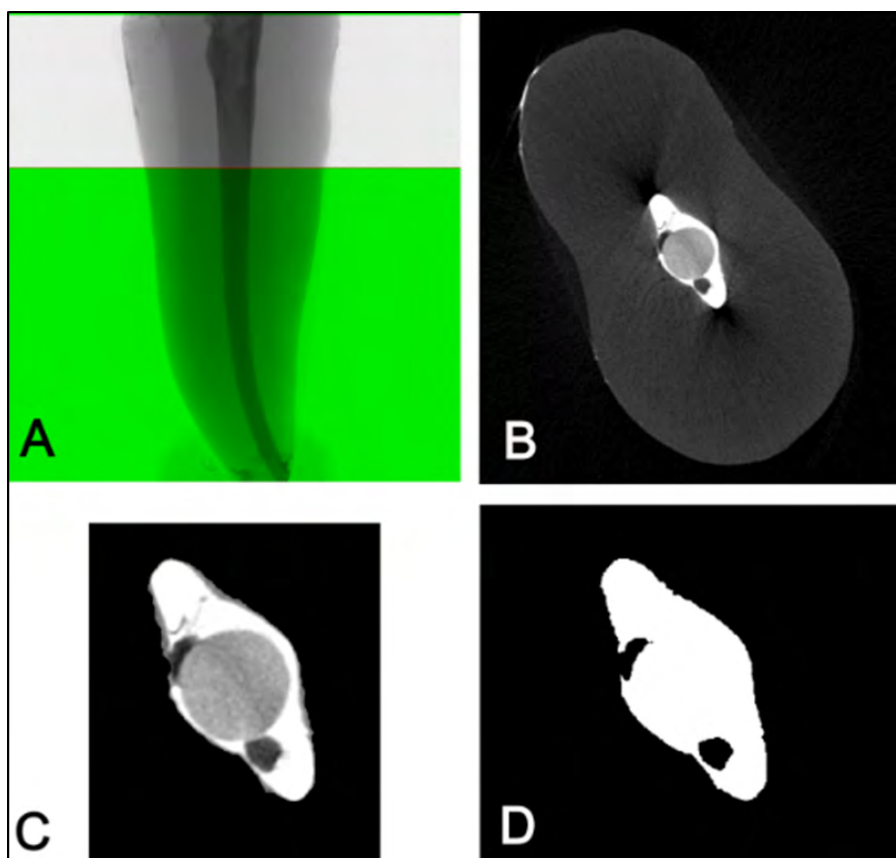
Kompletna priprema uzoraka obavljena je od strane jednog istraživača. Krunice zuba su uklonjene dijamantskom testerom (IsoMet 4000; Buehler, Lake Bluff, IL) da bi se dobili korenovi dužine 12 ± 1 mm. Nakon uspostavljanja prohodnosti kanala, radna dužina je određena vizuelno. Kanalni proširivač #15 (Dentsply Maillefer, Ballalgues, Švajcarska) unet je u kanal dok nije postao vidljiv na apeksnom otvoru. Nakon toga je silikonski stoper adaptiran na ulaz u kanal i od dobijene dužine je oduzet 1 mm, čime je dobijena radna dužina kanala korena. Kanali su prošireni i obrađeni serijom instrumenata TF Adaptive (SybronEndo, Glendora, SAD) koristeći ML (medium/large) sekvencu. Apeksno, svaki kanal je proširen do instrumenta ML3 tj. do veličine #50/0.04. Tokom instrumentacije, kanali su pasivno ispirani pomoću igle i šprica 1% rastvorom NaOCl u količini od 2 ml između dva endodontska instrumenta. Završno ispiranje obavljeno je sa 2 ml 17% rastvora EDTA, a zatim sa 1 ml destilovane vode. Kanali su potom posušeni papirnim poenima i nasumično podeljeni u 4 grupe ($n=4$). U prethodno urađenoj pilot studiji je utvrđeno da su 4 uzorka po grupi dovoljna da detektuju razliku u celokupnoj poroznosti od 3%, sa standardnom devijacijom od 1% između 4 grupe. Kanali su napunjeni gutaperka poenima odgovarajuće koničnosti (SybronEndo, Glendora, SAD) i jednom od četiri ispitivane paste (Tabela 2.) koristeći monokonu tehniku opturacije. Ulazi u kanale su zatvoreni glasonomer cementom (Fuji VIII, GC, Tokijo, Japan), a apeksni otvori nisu zatvarani. GJC je mešan ručno 1,5 min nakon odmeravanja potrebne količine praha i tečnosti prema uputstvu proizvođača. GJC je aplikovan tako da pokrije ulaz u kanal i preostalu površinu korena koronarno slojem debljine 2 mm. Nakon 2,5 min inicijalnog vezivanja, GJC je prekriven slojem zaštitnog laka (GC Coat) koji je svetlosno polimerizovan 20 s LED lampom (Woodpecker, Zhengzhou, Henan, Kina) sa udaljenosti od 1 mm. Odmah nakon vezivanja GJC, uzorci su potapani u Ependorf tube sa 5 ml veštačkog tkivnog fluida (engl. Hank's balanced salt solution, HBSS; Lonza Verviers, Belgija) na 37°C i 100% vlažnosti da bi se simulirali in vivo uslovi za vezivanje pasti. Tkivna tečnost je obnavljana svakih 7 dana.

4.1.2. Merenje poroznosti metodom μ CT-a

Svaki uzorak je, nakon stajanja u tkivnoj tečnosti, obavijan parafilomom (Bemis Company, Neenah, WI) da bi se izbeglo isušivanje uzorka, i sa konzistentnom orijentacijom postavljan na poseban držač za uzorke. Svi uzorci su skenirani u dva vremena; inicijalno skeniranje - 7 dana nakon opturacije, i prateće (engl. follow up) - nakon 6 meseci. Zubi su skenirani μ CT sistemom visoke rezolucije (SkyScan 1172; Bruker, Kontich, Belgija) sa sledećim parametrima: napon 90 kV, struja 112 μ A, vreme ekspozicije 1230 ms, aluminijumski filter debljine 0,5 mm. Izotropna rezolucija je bila 9,9 μ m. Nakon skeniranja, proces rekonstrukcije snimljenih struktura je obavljen pomoću NRecon softvera (Bruker, Kontich, Belgija). Tom prilikom su učinjene i odgovarajuće korekcije za termalni

drift, poravnanje („misalignment“) i prstenaste artefakte („ring artefacts“), kao i 40% korekcije za otvrdnuće rendgenskog snopa („beam hardening“) i diskretno zamućenje („smoothing“) od 2. Rekonstruisane slike su analizirane pomoću CTAn softvera, verzija 1.14 (Bruker, Kontlich, Belgija).

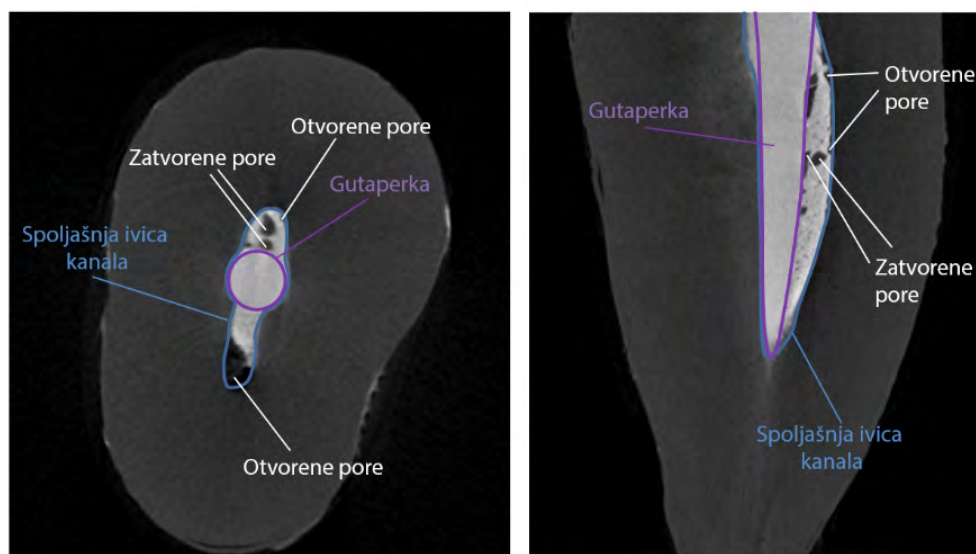
Prostor korena je označen kao početni volumen od interesa (VOI). Apikalna granica VOI-a je bila 1 mm kraća od anatomskog apeksa. Budući da smo se bavili ispitivanjem samog kanala korena, najpre je bilo neophodno izolovati prostor kanala od dentina. Ovo je postignuto na osnovu razlike u intenzitetu sive boje, što odgovara razlici u rendgenskoj kontrastnosti. Inicijalni VOI je primenom logičkih operacija u CTAn programu sveden samo na prostor kanala. Na tako izdvojenom prostoru kanala, izdvajanje pora je takođe bazirano na razlici u intenzitetu sive boje. Naime, svi pikseli sa intenzitetom sive boje $<110/255$ su označeni kao poroznost, dok su pikseli sa intenzitetom sive boje $\geq 110/255$ tretirani kao materijal (guraperka, GJC). Sama gutaperka i GJC nisu razlikovani, već je vrednost praga omogućila njihovo razlikovanje od pora. Vrednost praga je najpre automatski odabrana u programu, a zatim ručno fino podešena do navedene vrednosti od 110/255. Adekvatnost ovog praga za razlikovanje pora je proverena u svim grupama preklapanjem osnovnih i obrađenih slika. Jednoobrazno segmentiranje i jedinstven prag su omogućili međugrupno poređenje svih uzoraka (Slika 2).



Slika 2. A) Volumen od interesa (VOI) je obuhvatio prostor kanala korena, a apikalna granica VOI-a je bila 1 mm kraća od anatomskog apeksa. B) Transferzalni presek kroz VOI. C) Izdvajanje samog kanala od dentina je obavljeno na osnovu razlike u intenzitetu sive boje, što odgovara razlici u rendgenskoj kontrastnosti, nakon čega je VOI sveden na prostor samog kanala. D) Na tako izdvojenom prostoru kanala, izdvajanje pora je takođe bazirano na razlici u intenzitetu sive boje, tako da su svi pikseli sa intenzitetom sive $<110/255$ identifikovani kao poroznost dok su pikseli sa intenzitetom sive $\geq 110/255$ tretirani kao materijal (guraperka, GJC).

Dobijeni su sledeći kvantitativni podaci: i) ukupna poroznost, ii) zatvorena poroznost, iii) otvorena poroznost (Slika 3):

- i) Ukupna poroznost se odnosila na procentualnu zastupljenost ukupnog volumena pora unutar VOI-a (%). S obzirom na to da gutaperka, pri zadatom pragu, nije pokazala nikakvu poroznost, smatrano je da se sva poroznost unutar VOI-a odnosila isključivo na poroznost paste.
- ii) Zatvorena poroznost se odnosila na pore koje nisu bile u kontaktu sa okolnim dentinom tj. na one koje su bile u potpunosti okružene materijalom (unutar paste ili između paste i gutaperke). Opisana je kao zapreminski procenat zatvorenih pora u VOI (%).
- iii) Otvorena poroznost predstavljala je zapreminski procenat otvorenih pora unutar VOI-a, tj. pora koje su bile u kontaktu sa površinom dentina ili paste.



Slika 3. Prikaz kategorizacije pora na reprezentativnim rekonstruisanim presecima kroz zub. **A)** poprečni presek, **B)** uzdužni presek

Za potrebe komparativne analize između delova kanala, definisana su tri regiona od interesa: krunični, srednji i apikalni. Ovi regioni su predstavljali jednake trećine koronarno-apikalne dužine korena zuba.

4.1.3. Statistička analiza

Dobijeni rezultati su statistički obrađeni primenom generalnog linearnog modela za faktore pasta, vreme i region, a takođe je testirana i interakcija između faktora. U slučaju značajnih interakcija korišćen je Tukey post-hoc test za poređenje među grupama. Za poređenje unutar faktora (pasta) u dva različita vremena korišćen je t test za vezane uzorke sa Bonferroni korekcijom. Nivo značajnosti je utvrđen na $\alpha = 0.05$.

4.2. Ispitivanje savojne čvrstoće KS pasta primenom modifikovane ISO standardne metode opterećenja u 3 tačke

4.2.1. Priprema uzoraka

Za pripremu uzoraka urađena je modifikacija ISO standardne metode (4049). Napravljena su 32 silikonska kalupa dimenzija 10 mm x 2mm x 2mm i nasumično su podeljena u 4 grupe (N=8). Kalupi su pravljene od kondenzacionog silikona srednje gustine Oranwash L (Zhermack, Badia Polesine, Italija). Silikonska masa, dobijena mešanjem jednakih količina dve paste (baza+ katalizator), unošena je metalnom špatulom u plastične kalupe dimenzija 20 mm x 20 mm x 10 mm. Odmah nakon unošenja, u silikonsku masu su utiskivani metalni štapići dimenzija 10 mm x 2 mm x 2 mm. Nakon vezivanja silikonske mase (10 min), ona je uklonjena iz plastičnog kalupa i metalni štapić je odvojen od mase. U dobijene kalupe su, sondom i uz stalnu vibraciju, unošene paste, zamešane po uputstvu proizvođača. Višak paste je uklonjen plastičnim instrumentom. Silikonski kalupi su obavijeni gazom natopljenom HBSS-om i inkubirani u plastičnim kontejnerima na 37°C i 100% vlažnosti tokom 7 dana.

4.2.2. Merenje savojne čvrstoće

Merenje savojne čvrstoće obavljeno je na univerzalnom meraču sile (PCE-FM 200, PCE group, Nemačka). Uzorci (štapići) su uklonjeni iz silikonskih kalupa i postavljeni na nosač koji podupire materijal u dve tačke sa razmakom od 15 mm (Slika 4). U trećoj tački (sredina štapića) uzorci su bili izloženi sili pri konstantnoj brzini nastavka za opterećenje od 1 mm/min, do momenta pucaanja štapića. Savojna čvrstoća, izražena u MPa, je računata na osnovu sledeće formule:

$$\sigma = 3 \times F \times l / 2 \times b \times h^2$$

gde su:

σ – savojna čvrstoća [MPa]

F – maksimalna sila primenjena na uzorak [N]

l – rastojanje između podupirača [mm]

b – širina uzorka merena neposredno pre opterećenja [mm]

h – visina uzorka merena neposredno pre opterećenja [mm]



Slika 4. Štapić AH paste postavljen u nosač

4.2.3. Statistička analiza

Dobijeni rezultati su analizirani jednofaktorskom analizom varijanse (ANOVA) sa Tukey post-hoc testom. Nivo značajnosti je utvrđen na $\alpha=0.05$.

4.3. Ispitivanje rendgenkontrastnosti KS pasta

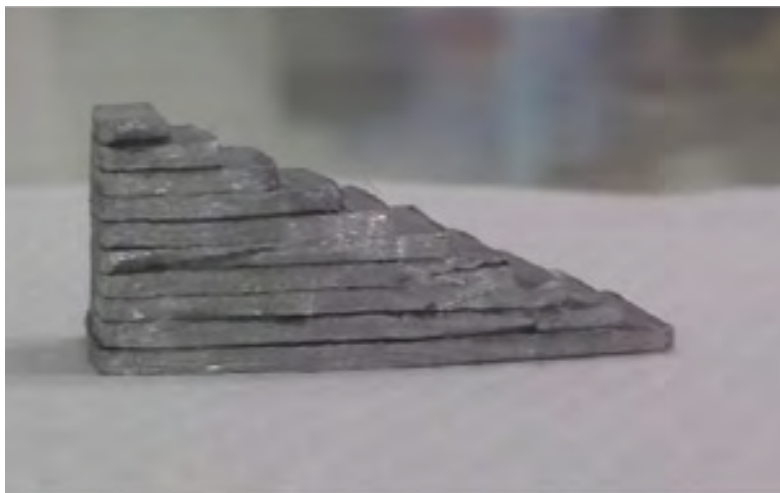
4.3.1. Priprema uzoraka

Rendgenkontrastnost pasta je ispitana u skladu sa protokolom Međunarodne organizacije za standardizaciju (ISO 6876). Uzeto je 12 fabričkih silikonskih kalupa dijametra 5 mm i debljine 2 mm i nasumično podjeljeno u 4 grupe ($N=3$). Kalupi su samolepljivom trakom fiksirani za staklenu pločicu i u njih su sondom, uz stalnu vibraciju, unete paste zamešane prema uputstvu proizvođača. Višak paste je uklonjen plastičnim instrumentom. Silikonski kalupi su obavijeni gazom natopljenom HBSS-om i inkubirani u plastičnim kontejnerima na 37°C i 100% vlažnosti tokom 7 dana. Nakon uklanjanja iz kalupa, debljina svakog uzorka je merena digitalnim mikrometrom. Ukoliko je bilo potrebno uzorci su polirani uz pomoć finih abrazivnih papira (veličina čestice $600\ \mu\text{m}$) kako bi se osigurala debljina uzorka od $2\pm 0,1\text{mm}$.

4.3.2. Merenje rendgenkontrastnosti

Uzorci su radiografisani digitalnim radiovizivskim sistemom (CCD sensor, Trophy, Saint Maur, Francuska) uz ekspoziciju 0,07 s, napon od 70 kV i jačinu struje od 10mA. Rastojanje objekta (uzorka) od rendgenske cevi je bilo 35 cm. Svaki uzorak je radiografisan zajedno sa stepeničastim etalonom napravljenim od 99,6% čistog aluminijuma. Etalon se sastojao od 10 listića aluminijuma rastuće debljine od po 1 mm (Slika 5).

Digitalni radiogrami su sačuvani kao TIFF datoteke i analizirani korišćenjem histogram alatke programa Adobe Photoshop CS7 (Adobe Systems, San Jose, SAD). Svaki uzorak je analiziran tri puta pri čemu je računata srednja vrednost tona sivo-bele skale. Na osnovu dobijenih podataka, napravljen je grafikon zavisnosti tona sivo-bele skale od logaritma aluminijumske debljine, što je omogućilo dobijanje kalibracione krive. Ove korelacije su omogućile konverziju tona sivo-bele skale uzorka u rendgen kontrastnost izraženu u jedinicama debljine aluminijuma.



Slika 5. Aluminijumski etalon

4.3.3. Statistička analiza

Dobijeni rezultati su analizirani jednofaktorskom analizom varijanse (ANOVA) sa Tukey post-hoc testom. Nivo značajnosti je utvrđen na $\alpha=0.05$.

4.4. Ispitivanje pH vrednosti izlužaka vezanih KS pasti u različitim vremenskim intervalima

4.4.1. Priprema uzoraka

Za potrebe ovog istraživanja korišćeno je 12 fabričkih silikonskih kalupa dijametra 5 mm i debljine 2 mm koji su nasumično podeljeni u 4 grupe ($N=3$). Kalupi su sa donje strane obloženi parafilmom (Bemis Company, Neenah, WI) i u njih su sondom uz stalnu vibraciju unete paste zamešane prema uputstvu proizvođača. Višak paste je uklonjen plastičnim instrumentom. Nakon 30 min, uzorci su stavljeni u staklene vijale koje su napunjene sa po 10 ml dejonizovane vode. Uzorci su čuvani na 37 °C i 100% vlažnosti.

4.4.2. Merenje pH vrednosti

Merenje pH vrednosti izlužaka vezanih pasta obavljeno je u sledećim vremenskim intervalima, tj. nakon: 24 h, 72 h, 7 dana, 14 dana, 21 dan i 28 dana. Nakon svakog merenja uzorci su potapani u svež rastvor dejonizovane vode i vraćani u inkubator na 37 °C i 100% vlažnosti.

Za merenje je korišćen pH-metar (pH-vision Microcomputer 6071, JENCO

Electronics Ltd., Linkou Shiang, Tajvan) u kombinaciji sa selektivnom elektrodom (Hanna Instruments WTW GmbH, Woonsocket, SAD) (Slika 6). Pre svakog ciklusa merenja, rađena je kalibracija pH-metra pomoću dva kalibraciona rastvora poznatih pH vrednosti (pH 7 i pH 10). Očitavanja su smatrana stabilnim kada se nisu menjala 3 s. Za svaki uzorak merenja su ponavljana 3 puta i računata je srednja vrednost.



Slika 6. Merenje pH selektivnom elektrodom

4.4.3. Statistička analiza

Dobijeni rezultati su analizirani jednofaktorskom analizom varijanse (ANOVA) sa ponovljenim merenjima i Tukey post-hoc testom. Nivo značajnosti je utvrđen na $\alpha=0.05$

4.5. Ispitivanje jačine veze KS pasta sa dentinom kanala korena

4.5.1. Priprema uzoraka za ispitivanje jačine veze KS pasti sa dentinom kanala korena konvencionalnom metodom

Istraživanje je realizovano na 40 ekstrahovanih, humanih, jednokorenih zuba. Dužina korenova je bila 13 ± 1 mm. Zubi su utiskivani u silikonske kalupe dimenzija 10 mm x 10 mm x 15 mm ispunjene samovezujućim akrilatom (Duracryl plus, Spofa dental, KavoKerr corporation, SAD). Akrilat je zamešan prema uputstvu proizvođača (prah/tečnost = 3:1) i metalnom špatulom unesen u kalupe u koje su odmah potom utiskivani zubi sa vrhom korena okrenutim prema dnu kalupa. Nakon 1 sat, kockice akrilata su uklanjane iz kalupa i korenovi su sečeni upravno u odnosu na uzdužnu osovinu zuba dijamantskom testerom promera 0,7 mm sa vodenim hlađenjem (Isomet testera; Buehler, Lake Bluff, IL, SAD). Od svakog zuba isečena su po tri poprečna diska debljine $1 \pm 0,1$ mm. Debljina diskova proveravana je digitalnim mikrometrom (preciznost 0,01 mm). Prvi disk je sečen 3 mm koronarnije od vrha korena, a sledeća dva takođe 3 mm koronarnije od prethodnog. Na taj način su od svakog zuba dobijena po 3 uzorka - apeksni, srednji i krunični. Dobijeno je ukupno 120 uzoraka (diskova). Prostori kanala svakog uzorka prošireni su fisurnim cilindričnim dijamantskim svrdlom dijametra 1,2 mm (Dentsply/Maillefer, Ballaigues, Švajcarska) fiksiranim u specijalno konstruisanoj stonj bušilici radi dobijanja standardizovanih kaviteta prečnika 1,2 mm. Diskovi su potom, u trajanju od 60 s, redom potapani u tri rastvora: 2% NaOCl, 17% EDTA i destilovana voda.

Nakon sušenja papirnim ubrusima, grupa apeksnih, srednjih i kruničih uzoraka je nasumično podeljena u po 4 grupe (N=10).

Uzorci su samolepljivom trakom pričvršćeni na staklene pločice, tako da traka ne dodiruje ivice kaviteta. Paste, zamešane po uputstvu proizvođača, sondom su unete u kavitete, uz stalnu vibraciju, a višak je uklonjen plastičnim instrumentom. Staklene pločice su obavijene gazom natopljenom HBSS-om i inkubirane u plastičnim kontejnerima na 37°C i 100% vlažnosti tokom 7 dana.

4.5.2. Priprema uzoraka za ispitivanje jačine veze KS pasta sa dentinom kanala korena metodom „diska“

Istraživanje je obavljeno na 11 ekstrahovanih, humanih, maksilarnih trećih molara sa fuzionisanim korenovima. Zubi su utiskivani u silikonske kalupe dimenzija 10 mm x 10 mm x 15 mm ispunjene samovezujućim akrilatom (Duracryl plus, Spofa dental, KavoKerr corporation, CA). Akrilat je zamešan prema uputstvu proizvođača (prah/tečnost = 3:1) i metalnom špatulom unesen u kalupe u koje su odmah potom utiskivani zubi sa korenovima okrenutim prema dnu kalupa. Nakon 1 sata, kockice akrilata su uklanjane iz kalupa i korenovi su sečeni upravno u odnosu na uzdužnu osovinu zuba dijamantskom testerom promera 0,7 mm sa vodenim hlađenjem (Isomet testera; Buehler, Lake Bluff, IL, SAD). Iz središnjeg segmenta svakog zuba isečen je po 1 poprečan dentinski disk debljine $1 \pm 0,1$ mm. Debljina diskova proveravana je digitalnim mikrometrom. U cilju dobijanja standardizovanih kaviteta korišćeno je fisurno cilindrično dijamantsko svrdlo dijametara 1,2 mm (Dentsply/Maillifer, Ballaigues, Švajcarska). Na svakom disku preparisana su po 4 kaviteta koji su bili minimum 1 mm udaljeni od: susednog kaviteta, cementa korena i kanala korena zuba. Diskovi su potom redom potapani u tri rastvora u trajanju od 60 s: 2% NaOCl, 17% EDTA i destilovana voda. Nakon sušenja papirnim ubrusima diskovi su nasumično podeljeni u 4 grupe (N=11).

Uzorci su samolepljivom trakom pričvršćeni na staklene pločice, tako da traka ne dodiruje ivice kaviteta. Paste, zamešane po uputstvu proizvođača, sondom su unete u kavitete, uz stalnu vibraciju, a višak je uklonjen plastičnim instrumentom. Na jednom disku, svaki kavitet je bio ispunjen različitom pastom. Staklene pločice su obavijene gazom natopljenom HBSS-om i inkubirane u plastičnim kontejnerima na 37°C i 100% vlažnosti tokom 7 dana.

4.5.3. Merenje jačine veze testom smicanja („push-out“)

Merenje jačine veze pasta sa dentinom obavljeno je testom smicanja na univerzalnom meraču sile (PCE-FM 200, PCE group, Nemačka) (Slika 7). Uzorci su postavljeni iznad dve staklene ploče debljine 10 mm sa međusobnim rastojanjem dovoljnim da se, u kavitetu iznad, omogući nesmetana dislokacija kanalnog punjenja (paste). Uzorci su izloženi sili pri konstantnoj brzini utiskivača od 1 mm/min, do momenta dislociranja. Sila je aplikovana putem utiskivača promera 0,8 mm koji je prilikom utiskivanja bio u kontaktu isključivo sa pastom zuba (kanalnim punjenjem). Kod „disk metode, celokupan ovaj postupak je ponovljen za svaki pojedinačan kavitet unutar jednog diska. Vrednosti sile su tokom opterećenja i u momentu frakture praćene na računaru u programu Lutron koji je bio direktno povezan sa meračem sile. Jačina veze (σ) paste sa dentinom kanala korena je bila izražena u MPa i računata je po sledećoj formuli:

$$\sigma = F / D \times \pi \times h$$

gde su:

F - maksimalna vrednost sile [N]

D - dijametar kaviteta (1,2 mm)

h - debljina uzorka (1 mm)



Slika 7. Univerzalni merač sile

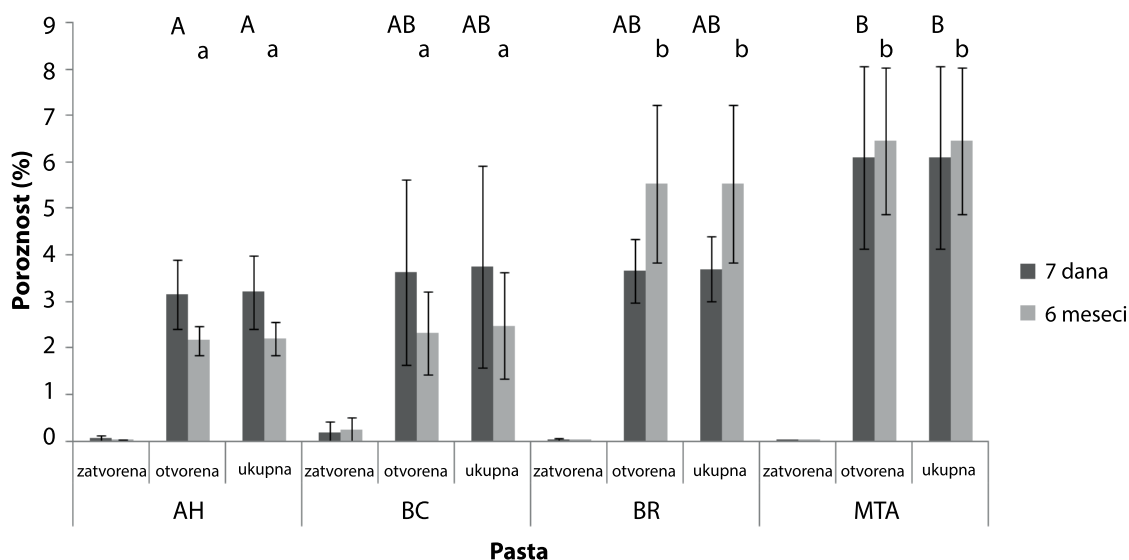
4.5.4. Statistička analiza

Kod konvencionalne metode, dobijeni rezultati su analizirani primenom dvofaktorske analize varijanse (ANOVA) za faktore pasta i region, takođe je testirana i interakcija između faktora. U slučaju značajnih interakcija korišćen je Tukey post-hoc test za poređenje među grupama. Kod „disk“ metode, rezultati su analizirani primenom jednofaktorske analize varijanse (ANOVA) sa Tukey post-hoc testom. Kod obe metode, nivo značajnosti je utvrđen na $\alpha=0.05$.

5. REZULTATI

5.1. Rezultati poroznosti

Zatvorena poroznost je u oba vremena merenja (nakon 7 dana i nakon 6 meseci) i u svim grupama bila zastupljena sa manje od 0,5%, što znači da je 99,5% ukupne poroznosti činila otvorena poroznost. U statističkoj analizi su korišćeni podaci za ukupnu poroznost, a ishodi analize se odnose i na otvorenu poroznost (Grafikon 1).



Grafikon 1. Procentualna zastupljenost zatvorene, otvorene i ukupne poroznosti, nakon 7 dana i nakon 6 meseci. Grupe označene istim slovima nisu statistički značajno različite ($p > 0,05$)

U okviru trofaktorske analize, značajnim su se pokazale interakcije faktora „pasta“ i „vreme“ ($p=0,029$) i interakcije faktora „pasta“ i „trećina korena“ ($p<0,001$), dok se intrakcija faktora „trećina korena“ i „vreme“ nije pokazala statistički značajnom ($p=0,752$).

U daljoj dvofaktorskoj analizi komparirane su vrednosti poroznosti različitih pasta odvojeno za vremenske intervale nakon 7 dana i nakon 6 meseci, kao i vrednosti poroznosti svake paste u 2 različita vremena merenja (Grafikon 1).

Merenje nakon 7 dana je pokazalo da je AH pasta ispoljila najmanju inicijalnu poroznost ($3,2\% \pm 0,7$) koja je bila statistički značajno niža u odnosu na MTA pastu ($6,1\% \pm 1,9$), ($p<0,05$). Vrednosti inicijalne poroznosti za BR i BC pastu su bile komparabilne sa AH i MTA, i iznosile su ($3,6\% \pm 0,6$), tj ($3,7\% \pm 2,1$) ($p>0,05$).

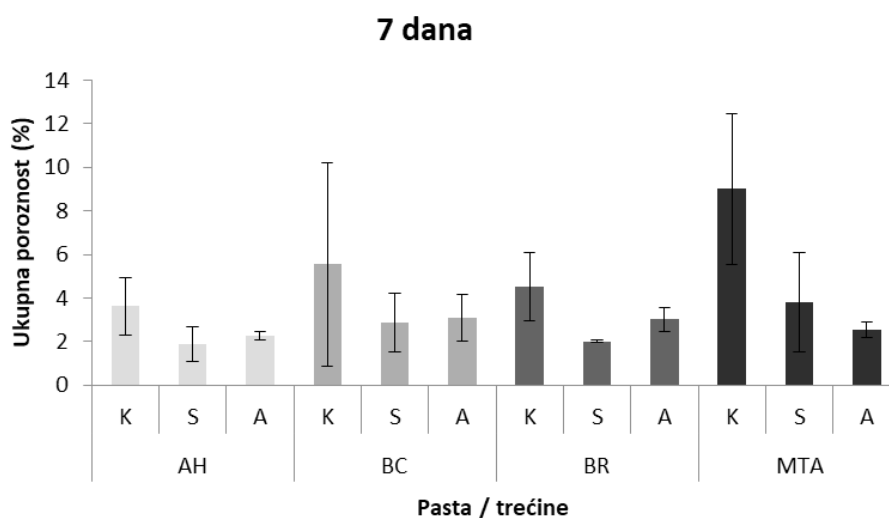
Nakon 6 meseci, kod AH i BC paste je došlo do smanjenja ukupne poroznosti u odnosu na inicijalni period, pa ukupna poroznost ovih pasta u drugom vremenu merenja postaje statistički značajno manja u odnosu na ukupnu poroznost BR i MTA paste kod kojih je došlo do povećanja ukupne poroznosti u odnosu na inicijalni period ($p<0,05$).

Kada se analizira promena poroznosti tokom vremena u okviru svake paste, nije bilo statistički značajne razlike među pastama ($p>0,05$). Ipak, kod AH i BC paste se primećuje blagi trend smanjenja poroznosti, dok se kod MTA i BR uočava blagi trend povećanja poroznosti.

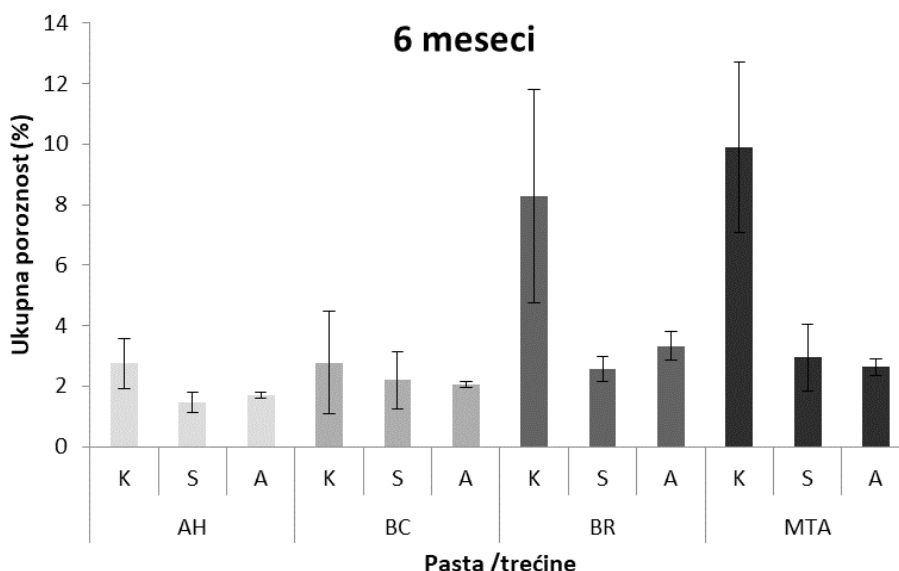
Dvofaktorska analiza varijanse za period nakon 7 dana je pokazala da interakcija faktora „pasta“ i „trećina korena“ nije značajna ($p>0,05$) što znači da su razlike u poroznosti među pastama iste na svim nivoima zuba. Kod svih pasta poroznost u kruničnom nivou je bila statistički značajno veća u odnosu na srednju i apikalnu trećinu korena ($p<0,05$). Između srednje i apikalne trećine nije bilo statistički značajne razlike ($p>0,05$). AH pasta je ispoljila statistički značajno manju poroznost u odnosu na MTA pastu ($p<0,05$). BC i BR pasta su pokazale slične vrednosti poroznosti i one se nisu statistički značajno razlikovale u odnosu na AH i MTA pastu ($p>0,05$).

Dvofaktorska analiza varijanse za period nakon 6 meseci pokazala je značajnu interakciju faktora „pasta“ i „trećina korena“ ($p<0,05$). U kruničnoj trećini AH i BC su pokazale statistički značajno manju poroznost u odnosu na BR i MTA pastu ($p<0,05$). Nije bilo statistički značajne razlike u poroznosti AH i BC paste i BR i MTA paste ($p>0,05$). U srednjoj trećini je uočena statistički značajno veća poroznost MTA paste u odnosu na AH ($p<0,05$). Između pasta MTA, BR i BC kao ni između pasta BR, BC i AH nije uočena statistički značajna razlika u poroznosti ($p>0,05$). U apeksnoj trećini je utvrđena statistički značajna razlika između BR, MTA, BC i AH paste ($p<0,05$). BC i AH su imale slične vrednosti poroznosti ($p>0,05$).

Distribucija ukupne poroznosti pasta po trećinama korena (kruničnoj, srednjoj i apikalnoj) u 2 vremena merenja prikazana je na grafikonima 2 i 3.



Grafikon 2. Srednje vrednosti i standardne devijacije poroznosti pasta u kruničnoj, srednjoj i apikalnoj trećini nakon 7 dana.

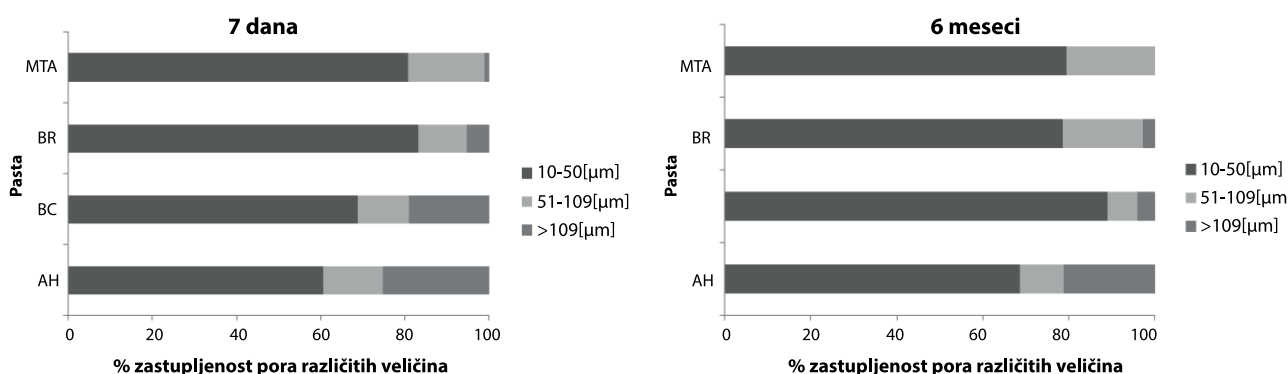


Grafikon 3. Srednje vrednosti i standardne devijacije poroznosti pasta u kruničnoj, srednjoj i apikalnoj trećini nakon 6 meseci.

Kada se analizira poroznost po trećinama u okviru svake paste, sa kombinovanim podacima za oba vremena utvrđeno je da je kod AH, BR i MTA paste bilo statistički značajne razlike ($p < 0,05$). Dalje, međugrupno poređenje je pokazalo da MTA, AH i BR imaju veću poroznost u kruničnoj u odnosu na srednju i apeksnu trećinu ($p < 0,05$). BC pasta nije ispoljila razliku u poroznosti po trećinama ($p < 0,05$)

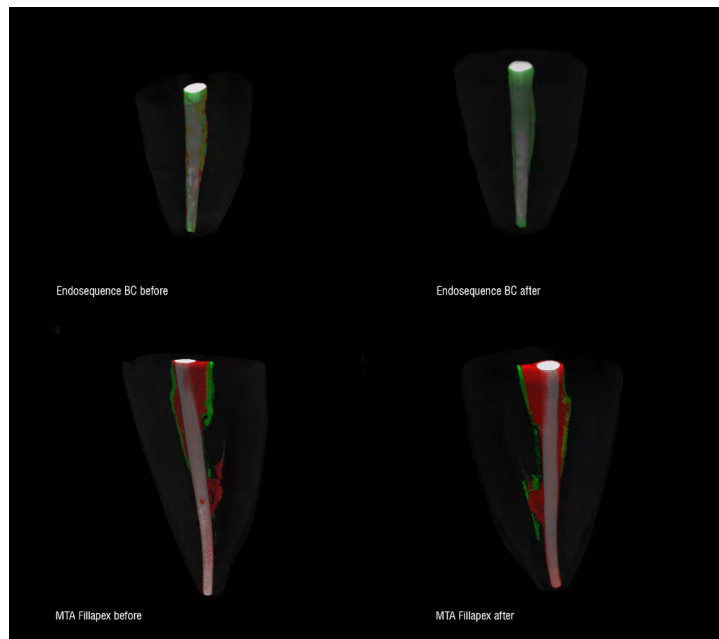
U svim pastama, u oba vremena merenja, najzastupljenije su bile najmanje pore, veličine 10 μm do 50 μm u prečniku (Slika 5). Najveće pore (>109 μm u prečniku) su ustanovljene kod AH paste, dok ovih pora kod MTA paste nije bilo. BC pasta je pokazala tendenciju smanjenja pora, tj procentualna zastupljenost najmanjih pora se nakon 6 meseci povećala za 20%, čime se zastupljenost najvećih pora u drugom vremenu merenja smanjila manje od 10%.

Sa druge strane, BR pasta je pokazala blagu tendenciju rasta pora srednjih veličina (51 μm -109 μm u prečniku) kao i smanjenje zastupljenosti najvećih pora (>109 μm u prečniku).



Grafikon 4. Procentualna zastupljenost pora različitih veličina u AH, BC, BR i MTA pastama nakon 7 dana i nakon 6 meseci

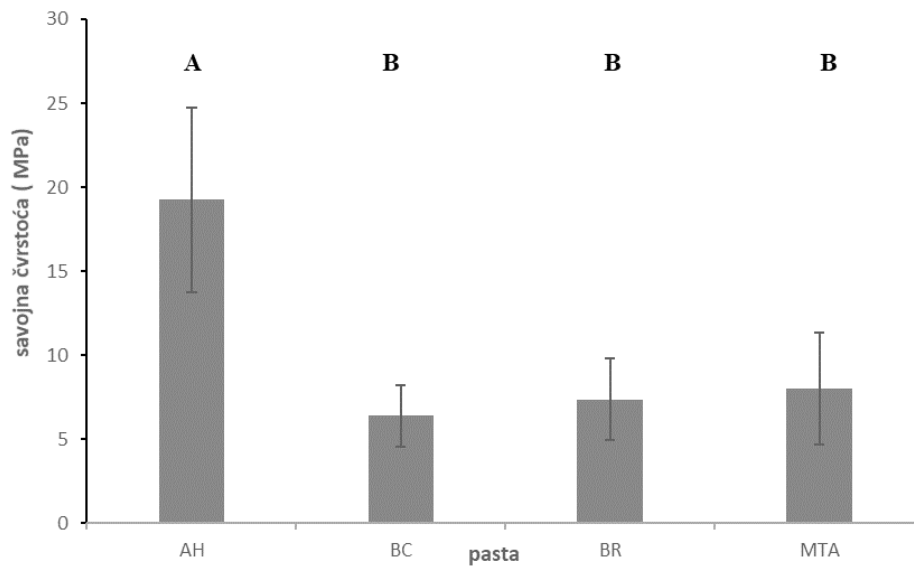
Na slici 8. se vide reprezentativne 3D rekonstrukcije mikro CT snimaka na kojima se uočava mala poroznost BC paste i velika poroznost MTA paste nakon 7 dana i nakon 6 meseci.



Slika 8. Reprezentativne 3D rekonstrukcije mikro CT snimaka BC i MTA paste. Roze bojom je označena gutaperka, zelenom pasta, a crvenom poroznost.

5.2. Rezultati ispitivanja savojne čvrstoće KS pasta

Rezultati ispitivanja savojne čvrstoće su prikazani na grafikonu 5.

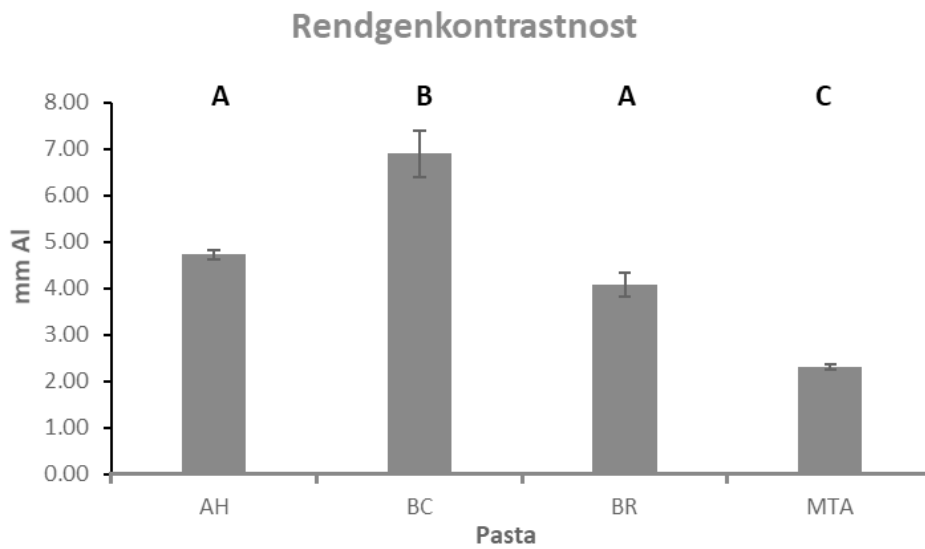


Grafikon 5. Srednje vrednosti i standardne devijacije savojne čvrstoće KS pasta. Kolone označene istim slovima nisu statistički značajno različite ($p > 0,05$).

Najvišu vrednost savojne čvrstoće je ostvarila AH pasta ($19,25 \pm 5,48$ MPa) i ona je bila statistički značajno viša od vrednosti savojne čvrstoće ostale tri paste ($p < 0,05$). BC, BR i MTA su pokazale slične vrednosti savojne čvrstoće ($p > 0,05$).

5.3. Rezultati rendgenkontrastnosti

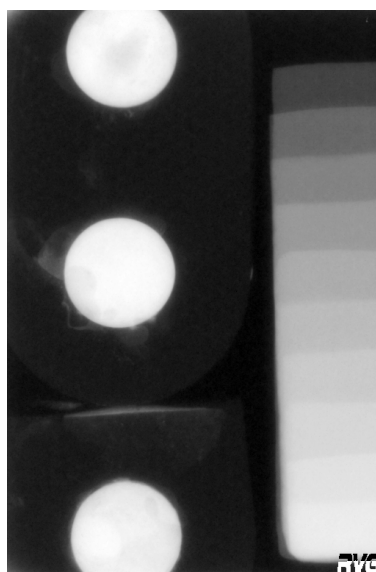
Rezultati rendgenkontrastnosti su prikazani na grafikonu 6.



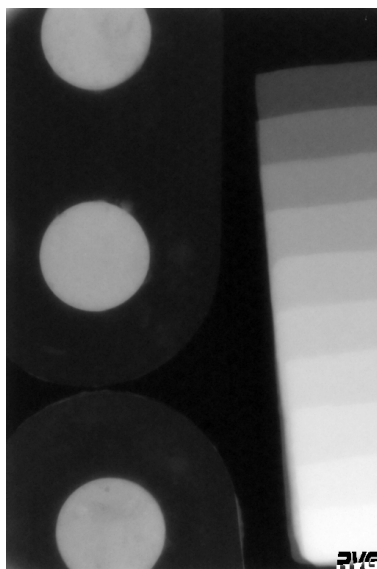
Grafikon 6. Srednje vrednosti i standardne devijacije rendgenkontrastnosti izražene u milimetrima aluminijuma [mmAl]. Kolone označene istim slovima nisu statistički značajno različite ($p > 0,05$).

Rendgenkontrastnost BC paste ($6,91 \pm 0,50$ mm Al), je bila statistički značajno veća u odnosu na AH, BR i MTA pastu ($p < 0,05$). Između AH ($4,72 \pm 0,09$ mm Al) i BR ($4,08 \pm 0,27$ mm Al) paste nije bilo statistički značajne razlike u vrednostima rendgenkontrastnosti ($p > 0,05$). Najnižu vrednost rendgenkontrastnosti je ostvarila MTA pasta ($2,30 \pm 0,04$ mm Al).

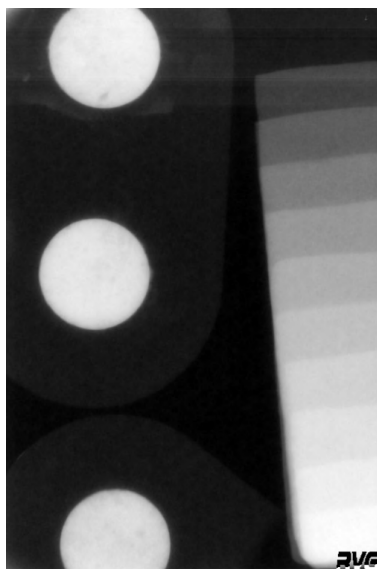
Na slikama 9-12 prikazani su digitalni radiogrami uzoraka ispitivanih materijala koji su radio-grafisani zajedno sa stepeničastim aluminijumskim etalonom.



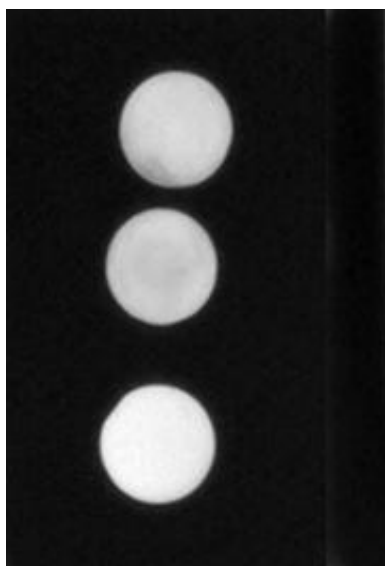
Slika 9. Digitalni radiogram uzoraka AH paste



Slika 10. Digitalni radiogram uzoraka MTA paste



Slika 11. Digitalni radiogram uzoraka BR paste



Slika 12. Digitalni radiogram uzoraka BC paste

5.4. Rezultati određivanja pH vrednosti izlužaka vezanih KS pasta

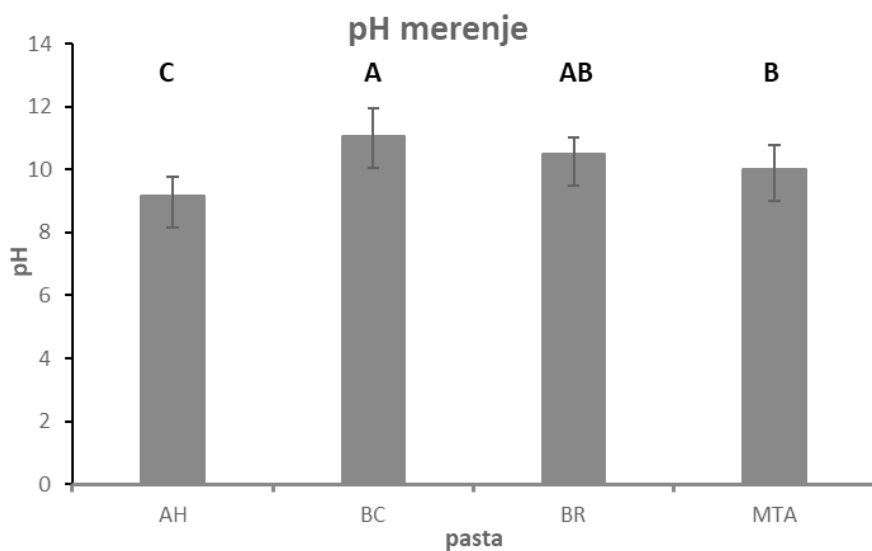
Opšti linearni model (koji je u osnovi analiza varijanse sa ponovljenim merenjima) za faktore „pasta“ i „vreme“ je pokazao značajnu interakciju faktora ($p=0,029$). Razlike za oba faktora su bile statistički značajne ($p<0,05$). U daljim jednofaktorskim analizama komparirane su vrednosti pH za različita vremena u okviru svake paste (tabela 3) kao i paste među sobom na osnovu zbirnih pH vrednosti (grafikon 7).

Tabela 3. Srednje vrednosti i standardne devijacije pH vrednosti različitih pasta u različitim vremenima merenja. Vrednosti označene istim slovima nisu statistički značajno različite ($p>0,05$).

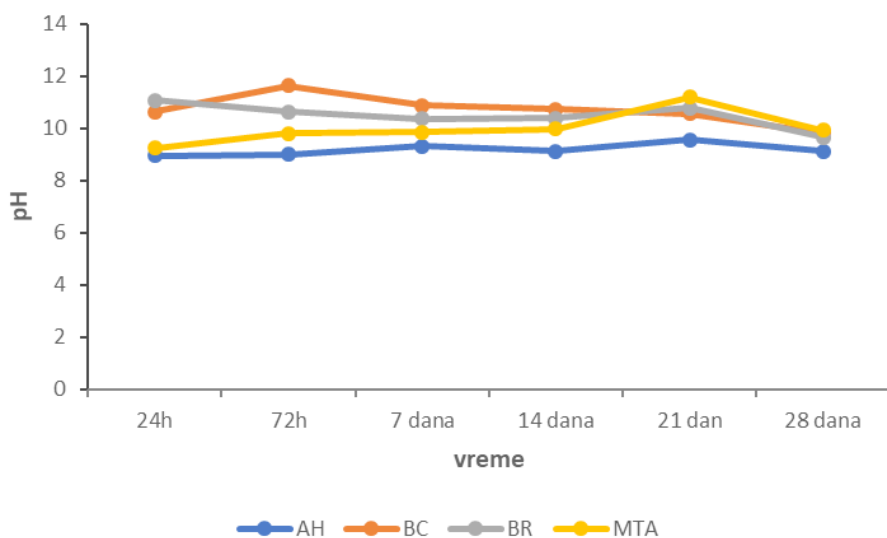
PASTA				
Vreme	AH	BC	BR	MTA
24h	8.79±0.34 A	10.65±0.40 AB	11.08±0.02 A	9.26±0.13 B
72h	9.01±0.21 A	11.64±0.17 A	10.63±0.23 A	9.82±0.22 AB
7 dana	9.32±1.08 A	10.88±0.33 AB	10.37±0.22 AB	9.87±0.74 AB
14 dana	9.12±0.60 A	11.74±0.41 A	10.39±0.38 AB	9.98±0.46 AB
21 dan	9.57±0.94 A	11.58±0.48 AB	10.79±0.22 A	11.2 ±0.99 A
28 dana	9.13±0.08 A	9.83±1.19 B	9.67±0.66 B	9.94±0.15 AB

AH pasta je imala slične vrednosti pH u svim ispitivanim vremenima (p . BC pasta je najviše vrednosti pH ostvarila nakon 72h i nakon 14 dana i ove vrednosti su statistički značajno više u odnosu na merenje nakon 28 dana kada su zabeležene najniže pH vrednosti ($p<0,05$). BR pasta je ispoljila najviše vrednosti u prva dva vremena merenja (24h i 72h), zatim dolazi do blagog pada vrednosti pH u sledeća dva merenja (7 dana i 14 dana) da bi nakon 21 dana došlo do značajnog skoka vrednosti koja je slična sa početnim merenjem. Nakon 28 dana je izmerena statistički značajno niža vrednost pH u odnosu na početna merenja ($p<0,05$). MTA pasta je ostvarila najniže vrednosti nakon 24h. Tokom vremena vrednosti pH su postepeno rastle i dostigle pik nakon 21 dana kada je izmerena najviša vrednost, statistički značajno viša u odnosu na prvo vreme merenja ($p<0,05$). Nakon 28 dana došlo je do blagog pada pH vrednosti.

Kada se porede zbirne pH vrednosti svih materijala može se videti da je BC pasta pokazala statistički značajno više pH vrednosti u odnosu na MTA i AH ($p<0,05$), dok između BC i BR nije bilo značajne razlike ($p>0,05$). Između BR i MTA paste nije bilo statistički značajne razlike ($p>0,05$). Vrednosti pH za AH su bile statistički značajno niže u poređenju sa drugim pastama ($p<0,05$).



Grafikon 7. Srednje vrednosti i standardne devijacije zbirnih pH vrednosti KS pasta. Kolone označene istim slovima nisu statistički značajno različite ($p > 0,005$).



Grafikon 8. Grafički prikaz promena pH vrednosti pasta tokom vremena.

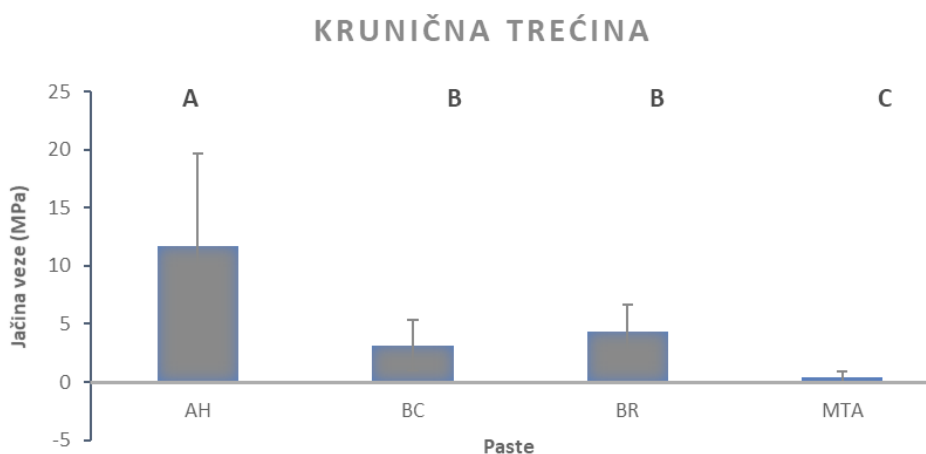
Najniža vrednost pH zabeležena je kod AH paste nakon 24h ($8,79 \pm 0,34$), dok je najvišu vrednost pH ostvarila BC pasta nakon 14 dana ($11,74 \pm 0,41$). pH vrednosti AH paste su u svim merenjima bile niže od vrednosti druge tri paste. Najviše varijacija u vrednostima pH bilo je u periodu od trećeg (72h) do 21. dana. Nakon 28 dana pH vrednosti svih pasta su bile slične.

5.5. Rezultati ispitivanja jačine veze KS pasta sa dentinom kanala korena

5.5.1. Rezultati ispitivanja jačine veze KS pasta sa dentinom kanala korena-konvencionalna metoda

Dvofaktorska analiza varijanse za faktore „pasta“ i „trećina“ pokazala je značajnu interakciju faktora ($p=0,009$). Postojala je značajna razlika za faktor „pasta“ ($p<0,05$), dok za faktor „trećina“ nije utvrđena statistički značajna razlika ($p=0,094$). U daljoj jednofaktorskoj analizi komparirane su jačine veze pasta po trećinama.

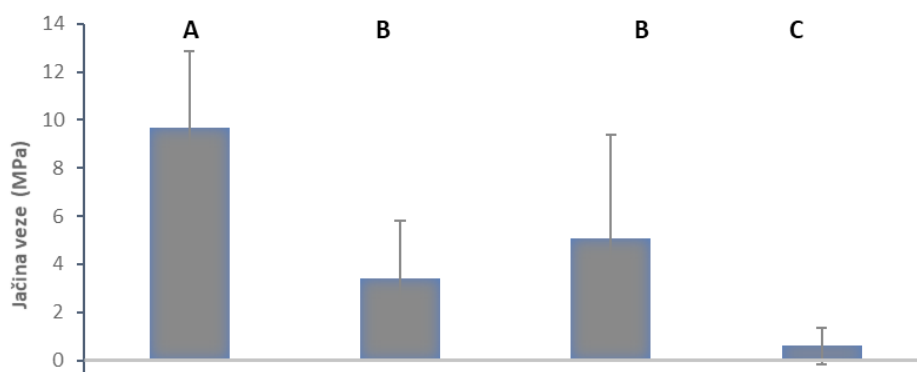
Rezultati su prikazani na grafikonima 9-11.



Grafikon 9. Srednje vrednosti i standardne devijacije jačine veze pasta sa kanalom korena u kruničnoj trećini. Kolone označene istim slovima nisu statistički značajno različite ($p>0,05$).

U kruničnoj trećini kanala korena, statistički značajno više vrednosti jačine veze zabeležene su kod AH paste ($11,68 \pm 7,97$ MPa) u odnosu na vrednosti zabeležene kod MTA paste ($0,38 \pm 0,50$ MPa) ($p<0,05$). BC i BR paste su ostvarile slične vrednosti jačine veze ($3,16 \pm 2,19$ MPa i $4,36 \pm 2,30$ MPa) koje su bile statistički značajno niže u odnosu na AH pastu i značajno više u odnosu na MTA pastu ($p<0,05$). U srednjoj trećini odnos vrednosti jačine veze između pasta je bio sličan kao u kruničnoj trećini. AH je ostvarila statistički značajno više vrednosti u odnosu na MTA. Kod BC i BR su zabeležene slične vrednosti ($3,39 \pm 2,42$ MPa i $5,08 \pm 4,31$ MPa) dok je MTA pasta ostvarila statistički značajno slabiju vezu sa dentinom ($0,60 \pm 0,75$ MPa) ($p<0,05$).

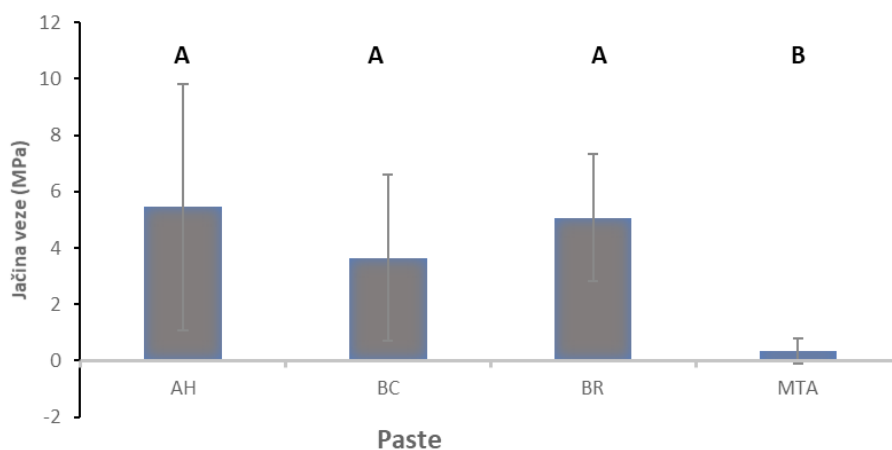
SREDNJA TREĆINA



Grafikon 10. Srednje vrednosti i standardne devijacije jačine veze pasta sa kanalom korena u srednjoj trećini. Kolone označene istim slovima nisu statistički značajno različite ($p > 0,05$).

U apeksnoj trećini došlo je do pada vrednosti jačine veze AH paste ($5,45 \pm 4,39$ MPa) tako da je ona ostvarila slične vrednosti jačine veze kao BC i BR ($3,65 \pm 2,94$ MPa i $5,07 \pm 2,26$ MPa). Ove tri paste su ostvarile statistički značajno jaču vezu u odnosu na MTA pastu ($0,34 \pm 0,46$ MPa) ($p < 0,05$).

APEKSNA TREĆINA

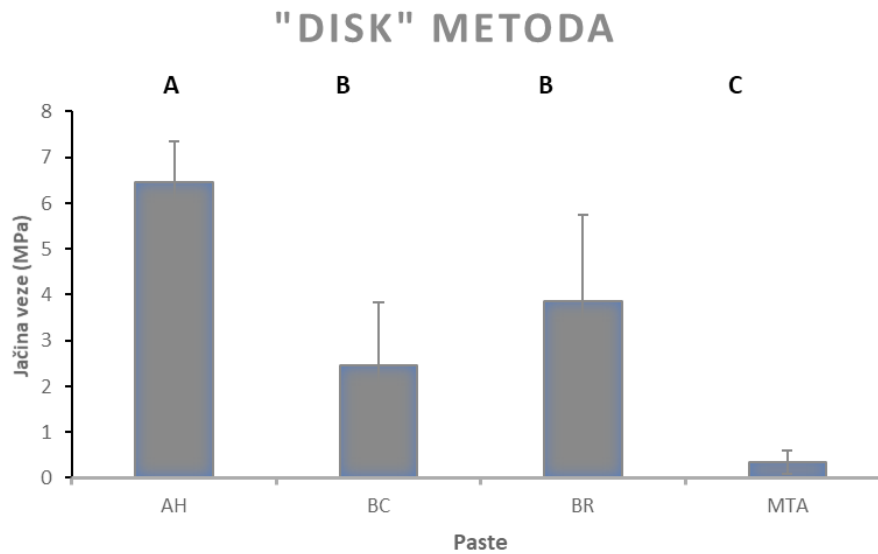


Grafikon11. Srednje vrednosti i standardne devijacije jačine veze pasta sa kanalom korena u apeksnoj trećini. Kolone označene istim slovima nisu statistički značajno različite ($p > 0,05$).

Obzirom na činjenicu da za fakor trećina nije utvrđena statistički značajna razlika, to znači da u okviru svake paste nije bilo statistički značajne razlike u jačini veze između krunične, srednje i apeksne trećine ($p > 0,05$).

5.5.2. Rezultati ispitivanja jačine veze KS pasta sa dentinom kanala korena- „ disk “ metoda

Rezultati su prikazani na grafikonu 12.

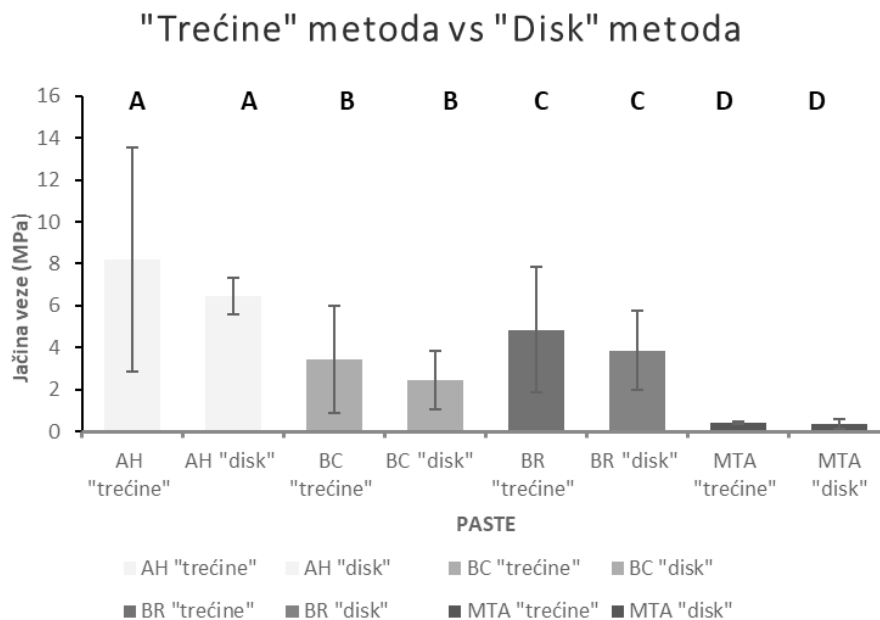


Grafikon 12. Srednje vrednosti i standardne devijacije jačine veze pasta sa kanalom korena „ disk“ metoda. Kolone označene istim slovima nisu statistički značajno različite ($p > 0,05$).

Najveće vrednosti jačine veze izmerene su kod AH paste ($6,46 \pm 0,89$ MPa). U odnosu na nju, MTA pasta je ostvarila statistički značajno slabiju vezu sa dentinom kanala korena ($0,34 \pm 0,25$ MPa). BC i BR su ispoljile slične vrednosti ($2,45 \pm 1,38$ MPa i $3,86 \pm 1,88$ MPa). Vrednosti jačine veze ove dve paste su bile statistički značajno više u odnosu na MTA i statistički značajno niže u odnosu na AH pastu ($p < 0,05$).

5.5.3. Poređenje rezultata dve metode („disk“ i konvencionalne -po trećinama)

Iako pri poređenju dve metode nije uočena statistički značajna razlika u registrovanim vrednostima jačine veze među istim pastama utvrđeno je da su vrednosti jačine veze dobijene „disk“ metodom manje dispergovane, tj homogenije (grafikon 13).



Grafikon13. Srednje vrednosti i standardne devijacije jačine veze pasta sa kanalom korena – „ disk“ metode i konvencionalne metode („ trećine“). Kolone označene istim slovima nisu statistički značajno različite ($p>0,05$).

6. DISKUSIJA

6.1. Diskusija rezultata ispitivanja poroznosti

Za ispitivanje poroznosti kalcijum silikatnih pasti korišćena je mikro-kompjuterizovana tomografija, nedestruktivna metoda koja omogućava brzu i veoma preciznu evaluaciju kvaliteta kanalnog punjenja u *in vitro* uslovima (82). Rezolucija (veličina pixela) koja je korišćena u ovoj studiji iznosi 9.9 μm i predstavlja nižu vrednost u odnosu na većinu prethodnih studija (100, 228, 229). Sa ovako podešenim parametrom omogućeni su detekcija i merenje mikropora veličine 10 μm u prečniku i zapremine oko $0.5 \times 10^{-6} \text{ mm}^3$. Što se tiče razlike u kontrastu moguće je da je ona uzrokovana razlikama u koeficijentima absorbanca X zraka među pastama. Bilo bi idealno da je za standardizaciju pora korišćena zatvorena pora poznatih dimenzija za svaki materijal čime bi se obezbedio adekvatan prag za svaku rekonstrukciju. Međutim, ovaj pristup nije uobičajen u ovakvim studijama, već su uglavnom korišćene različite metode za određivanje praga bez uključivanja internih pora poznatih dimenzija (66, 97, 229, 230). U ovom istraživanju je korišćena jedna vrednost praga slično studijama Somme i sar. i De Souza i sar. (66, 230). Globalni prag od 110/ 255 je podešen preklapanjem regiona od interesa sa inicijalnim mikro-CT slikama da bi se potvrdile konture postojećih pora. Jednobrazno segmentiranje i jedinstven prag su omogućili međugrupno poređenje svih uzoraka. Takođe, pokazalo se da ova metoda određivanja praga nije imala uticaj na razvoj i praćenje poroznosti tokom 6 meseci kao ni na razlike u dva vremenska intervala.

Literatura oskudeva podacima o poroznosti gutaperke, većinom se studije bave kvantitativnom i kvalitativnom analizom pora u pastama. Nepopunjeni prostori, pogotovo otvorene pore (pore na spoju paste i dentinskog zida/gutaperke) mogu dovesti do ponovnog rasta mikroorganizama ili do njihovog prodora mikrocurenjem (231). Izolovani, nepopunjeni prostori unutar samih pasti predstavljaju zatvorene pore i za njih se smatra da imaju mnogo manji potencijal za naseljavanje i razvoj bakterija. Ovo je bila logika za podelu poroznosti na otvorenu i zatvorenu i čini se da je klinički relevantna u smislu potencijalnog udela otvorene i zatvorene poroznosti u nastanku apeksnog periodontitisa. Iako u kontekstu klasifikovanja pora ne postoji uniforman pristup, pristup sličan ovom su imali Huang i sar. (99).

U ovom istraživanju, otvorena poroznost je premašila zatvorenu u svim grupama. Ovi podaci su u skladu sa nalazima Huanga i sar. (99) koji su ispitivali poroznost EndoSequence BC i AH Plus paste. Ovi nalazi ukazuju na to da sve paste mogu potencijalno da dovedu do migracije mikroorganizama put apikalno, što je sa kliničkog aspekta veoma važno za ishod endodontske terapije. Jasan trend pri formiranju otvorenih pora ukazuje na dimenzione promene tokom vezivanja pasta.

Utvrđeno je da su ukupna i otvorena poroznost MTA Fillapex paste bile značajno veće u odnosu na ukupnu i otvorenu poroznost AH Plus paste. Vrednosti za poroznost BioRoot RCS i EndoSequence BC pasta su se našle između vrednosti za AH Plus i MTA Fillapex i bile su komparabilne sa njima. Najveća poroznost MTA Fillapex paste može biti u vezi sa prisustvom bizmut oksida kao rendgenkontrastnog sredstva. Prema istraživanju Torres i saradnika, bizmut oksid dovodi do povećane poroznosti i rastvorljivosti kao i do smanjenja mehaničke stabilnosti cemenata (232).

Silva i sar. (100) su metodom mikro-kompjuterizovane tomografije rastvorljivost MTA Fillapex-a poredili sa AH Plus pastom i pokazali da je u MTA Fillapex pasti došlo do značajnih dimenzionih promena nakon stajanja u vodi. Nepovoljna svojstva ove paste kao što su produženo radno

vreme i vreme vezivanja, povećana fluidnost i rastvorljivost se pripisuju neizbalansiranom odnosu smole i kalcijum silikatne komponente. Ovaj neizbalansiran odnos može biti odgovoran i za povećanu poroznost i slabiju dimenzionalnu stabilnost MTA Fillapex paste.

Veća inicijalna poroznost BioRoot RCS i EndoSequence BC paste, u apikalnoj trećini statistički značajno veća u odnosu na poroznost AH Plus paste, delimično može biti uzrokovana njihovom različitom fluidnošću i debljinom filma. Khalil i sar. (159) su u svojoj studiji utvrdili da BioRoot RCS po pitanju fluidnosti nije ispunio standard dok su Donnermeyer i sar. (233) ustanovili veću debljinu filma kod iRoot SP paste, koja je po svom sastavu identična EndoSequence BC pasti.

Takođe, Siboni i sar. (234) su pokazali da je BioRoot RCS nakon vezivanja pokazao veću sorpciju vode u odnosu na Pulp Canal Sealer (pasta na bazi eugenola) i AH Plus pastu što je u skladu sa inicijalnim merenjem poroznosti u sadašnjem istraživanju.

Ono što je interesantno je da je AH Plus pasta, u poređenju sa kalcijum silikatnim pastama, imala najveću zastupljenost velikih pora, tj njih oko 20% je imalo dijametar veći od 109 μm . Sa druge strane, kod MTA Fillapex i BioRoot RCS paste zastupljenost najvećih pora je bila manja od 10 %. Moguće je da je veća poroznost ove poslednje dve paste, do određene mere, ublažena prisustvom pora manje veličine. Ostaje nejasno koliki je potencijal otvorenih pora da u kliničkim uslovima imaju ulogu rezervoara za razvoj bakterija pa su u ovom smislu neophodne dodatne studije propustljivosti bakterija kao i kliničke studije praćenja. Potom, moguće je da statistička značajnost između poroznosti pasti od 3% i od 6% nije od kliničkog značaja. Ono što je značajnije od samog procenta poroznosti je činjenica da se poroznost kalcijum silikatnih pasti drugačije menja u funkciji vremena. Ovo dalje vodi tome da bioaktivnost i hidrauličnost ovih pasti neće nužno dovesti do smanjenja poroznosti tokom vremena kao što bi se očekivalo.

Kod svih pasta veća poroznost je zabeležena u kruničnom nego u srednjem i apikalnom delu korena/punjenja. Ukoliko poroznost u kruničnom delu punjenja zaostane nakon restauracije zuba ona, kao što je već navedeno, može imati ulogu potencijalnog rezervoara mikroorganizama i zajedno sa pukotinama na spoju zuba i ispuna predstavljati otvoren put bakterijama. Sa druge strane, ukoliko se prilikom restauracije zuba ukloni krunični deo punjenja koji je porozan i potom usledi adekvatno konzervativno ili protetsko zbrinjavanje, uticaj krunične poroznosti na ishod endodontskog tretmana postaje zanemarljiv.

Do sličnih podataka su došli i u prethodnim studijama ispitujući tehnike Thermafill sa AH Plus i MTA Flow pastom (97), monokonu tehniku i lateralnu kompakciju sa kalcijum silikatnom pastom Smartpaste Bio (101) kao i tehniku lateralne kompakcije sa AH Plus pastom (228). Reprezentativne 3D rekonstrukcije snimaka napravljenih mikro-kompjuterizovanom tomografijom ukazuju na to da se u kruničnoj trećini nalazi veća količina paste nego u srednjoj i apeksnoj. Veća količina paste koja tokom vezivanja podleže dimenzionim promenama i/ili rastvaranju tokom stajanja u veštačkom tkivnom fluidu može biti uzrok veće poroznosti u ovom regionu u oba vremena merenja.

Nasuprot ovome, Hammad i sar. (235) su ustanovili veću poroznost u apikalnom regionu pri punjenju kanala RealSeal pastom, tehnikom lateralne kompakcije. Ovo pokazuje da poroznost i distribucija pora mogu biti nepredvidive nezavisno od tehnike punjenja i vrste paste.

Vreme skladištenja (vreme provedeno u simuliranoj tkivnoj tečnosti) nije dovelo do statistički značajnih promena u poroznosti, ali se može reći da se nakon 6 meseci kod BioRoot RCS i MTA Fillapex pasta poroznost diskretno povećala, a kod AH Plus i EndoSequence BC pasta blago snizila.

Veća poroznost kod MTA Fillapex i BioRoot RCS pasta u odnosu na AH Plus pastu može biti povezana sa većom rastvorljivošću ovih kalcijum silikatnih pasti (236) kao i sa higroskopskom ekspanzijom koja je pokazana kod AH Plus paste (69). Gandolfi i sar. (237) su takođe utvrdili manju zastupljenost pora kod AH Plus paste u poređenju sa MTA Flow pastom nakon 6 meseci.

Energetski disperzivna rendgenska spektroskopija (EDX) kalcijum silikatnih pasta u različitim studijama je pokazala da apatitni depoziti na površini materijala i kontinuirani proces hidratacije same paste mogu doprineti smanjenju poroznosti tokom vremena (237, 238). Manja poroznost EndoSequence BC paste bi se mogla objasniti načinom dostave (unapred zamešana) za razliku od ručno mešanih pasti (BioRoot RCS), gde se neadekvatnim mešanjem može uticati na formiranje paste sa strukturnim defektima i posledično stvorenim porama (68).

U studiji Xuereb i sar. (104) kalcijum fosfatna faza je izostala kod BioRoot RCS paste kad je ispitivana difrakcionom analizom X zracima. Izostanak formiranja apatitnog sloja na površini BioRoot RCS paste, usled čega nije moglo doći ni do popunjavanja međuprostora na spoju paste i dentina, može biti uzrok povećane poroznosti BioRoot RCS –a nakon 6 meseci.

6.2. Diskusija rezultata savojne čvrstoće

Čvrstoća predstavlja sposobnost materijala da izdrži određenu vrstu opterećenja. U zavisnosti od tipa opterećenja, čvrstoća se deli na zateznu, pritisnu, savojnu i uvojnju čvrstoću.

Savojna čvrstoća je određena najvećim opterećenjem koje uzorak /materijal može da primi, a da ne dođe do frakture i zavisi od strukture materijala. Veće vrednosti savojne čvrstoće ukazuju da je materijal otporniji na lom i obrnuto (115).

Smatra se da bi određivanje savojne čvrstoće moglo biti klinički relevantnije od ispitivanja kompresivne čvrstoće, jer vernije simulira kliničke uslove. Trenutno se testovima savijanja pribegava kod krtih materijala kao što su kompoziti i cementi jer raspodela stresa bliže simulira ono što se dešava u usnoj duplji (239). Preporuke međunarodne organizacije za standardizaciju ISO 4049 (240) podrazumevaju određivanje savojne čvrstoće primenom testa savijanja u tri tačke. Ova metodologija je korišćena u brojnim istraživanjima restaurativnih materijala (241-243). U ovom istraživanju savojna čvrstoća je usled specifičnosti konzistencije materijala ispitivana po modifikovanom protokolu gde su umesto standardnih štapićastih uzoraka dimenzija 25 mm x 2 mm x 2 mm napravljeni manji uzorci istog oblika, dimenzija 10 mm x 2mm x 2mm. Podupirući nosači su umesto 20 mm imali razmak od 15 mm, dok je brzina utiskivača bila standardna tj. 1 mm/ min.

U ovom istraživanju AH Plus pasta je pokazala statistički značajno veću savojnu čvrstoću u odnosu na vrednosti savojne čvrstoće kalcijum silikatnih pasta. Iako nije bilo statistički značajne razlike, MTA Fillapex je od kalcijum silikatnih pasta ostvarila najveću savojnu čvrstoću.

U literaturi nedostaju podaci o vrednostima savojne čvrstoće kalcijum silikatnih pasta. Zbog toga je nemoguća komparacija rezultata dobijenih u ovom istraživanju sa rezultatima iz literature. Moguće je indirektno poređenje sa donekle sličnim materijalima, kalcijum silikatnim cementima.

Prvi autori koji su se bavili savojnom čvrstoćom kalcijum silikatnih cemenata su bili Walker i sar. (116) koji su ispitivali savojnu čvrstoću MTA pri različitim uslovima vlage. Autori su ustanovili najveće vrednosti savojne čvrstoće nakon 24 h na uzorcima koji su sa obe strane bili izloženi vlažnoj sredini. Dobijene vrednosti su veće od vrednosti savojne čvrstoće koje su pokazale kalcijum silikatne paste u ovom istraživanju. Iako kalcijum silikatne paste kao i MTA pripadaju grupi hidrauličnih materijala, verovatno su razlike u konzistenciji i fine razlike u sastavu imale uticaj na drugačije vrednosti savojne čvrstoće.

Savić-Stanković (244) je u svom istraživanju ispitivala savojnu čvrstoću Biodentina u dva vremenska intervala (nakon 24h i nakon 14 dana) čuvajući uzorke u suvoj i u vlažnoj sredini. Nakon četrnaest dana, vrednosti savojne čvrstoće suvih uzoraka su bile komparabilne u odnosu na prvo vreme merenja, dok je savojna čvrstoća statistički značajno porasla kod uzoraka koji su čuvani u vodi. Ovaj rezultat autorka objašnjava načinom očvršćavanja Biodentina i uticajem vlage na mehaničke karakteristike materijala. U inicijalnoj fazi vezivanja cement je porozan, vremenom se pore

popunjavaju kristalnim strukturama i nakon 2 nedelje dolazi do potpunog vezivanja materijala. Vrednosti savojne čvrstoće kalcijum silikatnih pasta u ovom istraživanju su komparabilne samo sa vredostima savojne čvrstoće Biodentina čuvanog u vodi tokom 24h. U ovom istraživanju uzorci su čuvani u vlažnoj sredini, a merenja su rađena nakon 7 dana. Moglo bi se pretpostaviti da bi vrednosti savojne čvrstoće rasle u funkciji vremena, obzirom da obrazac vezivanja tj proces hidratacije prolazi kroz iste faze kao i kod Biodentina i da je u literaturi zabeleženo da je za kompletno vezivanje nekih kalcijum silikatnih pasta potrebno i više od 4 nedelje (175) .

Mehanička otpornost cemenata najviše zavisi od distribucije pora unutar njega. Pokazano je da se sa smanjenjem poroznosti povećava kompresivna čvrstoća hidrauličnih cemenata (kao što je MTA) (245).

U cilju skraćanja vremena vezivanja i smanjenja inicijalne poroznosti, materijalima se dodaju različiti sastojci. Akabri i sar. (246) su u cilju skraćanja vremena vezivanja i poboljšanja mehaničkih svojstava (kompresivne i savojne čvrstoće) dodali nano čestice SiO₂ sa 8% i 10% zastupljenosti. Nano čestice SiO₂ se ponašaju kao punioci koji poboljšavajući mikrostrukturu cementa, povećavaju broj nukleacionih mesta čime se ubrzava proces vezivanja cementa. Autori su ustanovili da je dopiranje nano česticama SiO₂ značajno doprinelo skraćanju vremena vezivanja. Sa druge strane, iako je prisustvo nano čestica SiO₂ dovelo do povećanja kompresivne i savojne čvrstoće nije bilo statistički značajne razlike u odnosu na osnovnu formulaciju. Navedene vrednosti savojne čvrstoće su merene nakon 24 h u vlažnoj sredini i bile su značajno niže u odnosu na vrednosti dobijene u ovom istraživanju.

Statistički značajna razlika u savojnoj čvrstoći između AH Plus paste i kalcijum silikatnih pasta bi se mogla objasniti jakom vezom među monomerima paste na bazi epoksi smole (247). Takođe, prisustvo salicilatne smole u MTA Fillapex pasti može biti uzrok diskretno veće savojne čvrstoće MTA Fillapex paste u odnosu na vrednosti savojne čvrstoće druge dve kalcijum silikatne paste.

6.3. Diskusija rezultata ispitivanja rendgenkontrastnosti

Rendgenkontrastnost je fizičko svojstvo endodontskih materijala koje je definisano međunarodnim standardom ISO 6876 (24) i na radiogramu omogućava razlikovanje materijala od okolnih anatomskih struktura.

Razlikovanje struktura na radiogramu uslovljeno je različitim stepenom apsorpcije X zraka. Na apsorpciju X zraka od strane materijala utiču: talasna dužina x zraka, debljina materijala, gustina materijala i atomski broj sastojaka (248). Obzirom da su u ovom istraživanju napon, jačina struje, vreme ekspozicije, udaljenost rendgenske cevi i debljina uzorka bili isti, rendgenkontrastnost materijala je zavisila od gustine materijala i atomskog broja sastojaka. Pretpostavlja se da je ustanovljenim razlikama najznačajnije doprineo atomski broj sastojaka obzirom da gustina utiče direktno proporcionalno, a atomski broj sa četvrtim stepenom (124).

U literaturi se rendgenkontrastnost materijala ispituje digitalizacijom konvencionalnih radiograma - indirektna tehnika (234, 249) ili digitalnom radiografijom - direktna tehnika (250-252). Kod indirektna tehnike, konvencionalni radiogrami se digitalizuju pomoću skenera visoke (234, 253) ili digitalne kamere (144, 172). Direktna tehnika koristi digitalne senzore -charged coupled devices (engl.) (CCD) (254), komplementarne metal-oksidne poluprovodnike (CMOS) (255) ili fotosenzibilne fosforne ploče (PSP) (256). Na digitalizovanom ili digitalnom radiogramu se pomoću odgovarajućeg softverskog paketa (npr. Adobe Photoshop, ImageJ) određuje stepen tona sivo-bele skale (255). Stepem tona sivo-bele skale odgovara optičkoj gustini radiograma kod konvencionalne radiografije i koristi se da se pravljenjem korelacije, logaritamskom jednačinom, sa stepenom sivo-bele skale svake od lamine aluminijumskog etalona, izračuna rendgenkontrastnost materijala izražena u ekvivalentnoj debljini aluminijuma (124).

U ovom istraživanju rendgenkontrastnost je utvrđena direktnom metodom, upotrebom CCD senzora. Obzirom da homogenost senzora utiče na razlike u rendgenkontrastnosti materijala, u ovom istraživanju su tri uzorka raspoređena po celoj površini senzora. Time je umanjeno uticaj nehomogenosti senzora koji dovodi do smanjene sposobnosti da se detektuju promene u apsorpciji zračenja u centralnim delovima senzora (257). Stepen tona sivo-bele skale i konverzija u ekvivalentnu debljinu aluminijuma su urađeni u softverskom paketu (Adobe Photoshop, SAD).

U ovom istraživanju, EndoSequence BC, AH Plus i BioRoot RCS pasta su ispunile zahteve ISO standarda 6876 (24), dok je MTA Fillapex pasta imala rendgenkontrastnost nižu od propisane.

Razlike u vrednostima rendgenkontrastnosti pasta se mogu objasniti vrstom, količinom /ude- lom različitog rendgenkontrastnog sredstva u svakoj pasti (172).

Bizmut oksid kao rendgenkontrastno sredstvo u kalcijum silikatnim cementima, utiče na reakcije hidratacije te ima negativan uticaj na njihova mehanička svojstva (61). U in -vitro uslovima je ispoljio nepovoljan uticaj na rast stromalnih humanih ćelija koštane srži (258). Cirkonijum oksid je jedno od najzastupljenijih rendgenkontrastnih sredstava u kalcijum silikatnim pastama (Endo-Sequence BC, Totalfill, iRoot SP, BioRoot RCS), a nalazi se i u AH Plus pasti. AH Plus pasta, pored cirkonijum oksida sadrži i kalcijum tungstat.

Smatra se da udeo od 30% cirkonijum oksida ne utiče na reakciju hidratacije kalcijum sili- katnih cemenata (149). Ni jedan od proizvođača pasta koje su korišćene u ovom istraživanju nije naveo udeo bilo maseni, bilo zapreminski, rendgenkontrastnog sredstva u odgovarajućoj pasti. Važ- nost ovog podatka se može videti na primeru bizmut oksida koji je dosta teži od Portland cementa pa će 20% njegovog masenog udela u odnosu na 80% Portland cementa biti znatno manje nego 20% zapreminskog udela u cementu, što će se odraziti i na rendgenkontrastnost (144). Pokazano je da veličina čestica rengenkontrastnog sredstva može uticati na svojstva kalcijum silikatnih pasta, npr. mikro i nano čestice cirkonijum oksida podstiču bioaktivnost (259). Sa druge strane, Viapiana i sar. (59) su ustanovili da veličina čestica (mikro ili nano) rengenkontrastnih sredstava cirkonijum oksida i niobijum oksida dodatih pasti na bazi Portland cementa nije imala uticaj na rendgenkontrastnosti paste. Takođe je interesantno da iako je cirkonijum oksid ispoljio duplo veću rendgenkontrastnost od niobijum oksida ove razlike nije bilo kada su dodati pasti na bazi Portland cementa. Ni u jednoj specifikaciji ispitivanih pasti ne postoji podatak o veličini čestica rendgenkontrastnog sredstva, sem u slučaju AH Plus paste kod koje je prosečna vrednost veličine čestice kalcijum tungstata 8 μm , a cirkonijum oksida 1,5 μm (260).

BC pasta je u ovom istraživanju ostvarila najveću rendgenkontrastnost i ove vrednosti su u skla- du sa rezultatima Zordan -Bronzela i sar. (158). Generalno, u literaturi su dostupni različiti podaci o rendgenkontrastnosti BC paste. Tako su Xuereb i sar. (104) utvrdili znatno veću rendgenkontrastnost EndoSequence BC paste, dok su Candeiro i sar. izračunali znatno niže vrednosti rendgenkontrastnosti ove paste (172). Razlike u dobijenim vrednostima se pre svega mogu objasniti različitim tehnikama radiogarfisanja. Xuereb i sar. su koristili fotosenzibilne fosforne ploče (104), dok su Candeiro i sar. koristili indirektnu metodu, odnosno digitalizovanje konvencionalnih radiograma (172). Takođe, kod digitalnog sistema, izlazni signal se predstavlja u vidu apsolutnih brojeva sivo-bele skale (0-255) što se razlikuje od kontinuirane krive gustine kod konvencionalne radiografije (124).

Važno je napomenuti da visoke vrednosti rengenkontrastnosti, kao u studiji Xuereb i sar. (104) ne moraju obavezno biti dobre jer mogu maskirati pore unutar punjenja (7). Rendgenkontras- tnost BioRoot RCS paste u ovom istraživanju je bila komparabilna sa nalazima Siboni i sar. (234) ali niža u odnosu na vrednosti koje je su dobili i sar (236) i Khalil i sar. (159) AH Plus pasta je u ovom istraživanju pokazala nešto manju rendgenkontrastnost u odnosu na rezultate drugih istraživanja dostupnih u literaturi (236), Zordan -Bronzela i sar. (158) i Siboni i sar. (234). Navedene razlike u dobijenim vrednostima rendgenkontrastnosti BioRoot RCS i AH Plus paste u odnosu na druga

istraživanja bi se takođe mogle objasniti različitim tehnikama radiografisanja. U pomenutim istraživanjima su pored različite tehnike radiografisanja postojale razlike u parametrima rendgenske cevi, udaljenosti od objekta radiografisanja i debljini stepenika aluminijumskog etalona koje su takođe doprinele razlici u rendgenkontrastnosti.

MTA Fillapex pasta je pokazala najmanju rendgenkontrastnost, a dobijene vrednosti su niže od vrednosti zabeleženih u drugim studijama (59, 104, 234, 236). Prve formulacije MTA Fillapex paste su kao rendgenkontrastno sredstvo imale bizmut oksid, dok je poslednjih godina on zamenjen kalcijum tungstatom i ova, modifikovana verzija, je korišćena u ovom istraživanju. Duarte i sar. su ispitali rendgenkontrastnost Portland cementa kome su dodavana različita rendgenkontrastna sredstva. Ustanovili su da bizmut oksid daje najveću rendgenkontrastnost pa redom zatim cirkonijum oksid, kalcijum tungstat, barijum sulfat i cink oksid (144). Na osnovu pomenutog istraživanja bi se moglo očekivati da će posle izmene rendgenkontrastnog sredstva vrednosti rendgenkontrastnosti MTA Fillapex paste biti veće međutim varijabilnost dobijenih vrednosti još jednom potvrđuje da veći broj faktora utiče na rendgenkontrastnost nekog materijala.

6.4. Diskusija rezultata ispitivanja pH vrednosti izlužaka vezanih pasta

Sposobnost oslobađanja kalcijumovih i hidroksilnih jona se može smatrati ključnim za povoljna biološka svojstva hidrauličnih kalcijum silikatnih cemenata jer ovi joni ostvaruju nekoliko bioloških uloga kao što su uloge u diferencijaciji ćelija i mineralizaciji tkiva (261). Alkalna sredina doprinosi osteogenom potencijalu, biokompatibilnosti i antibakterijskom svojstvu pasta za punjenje kanala (173, 175).

Visoke pH vrednosti omogućavaju antimikrobno dejstvo protiv različitih patogena, pH vrednosti između 10, 5 i 11 usporavaju rast *Enterococcus faecalis*, dok pH vrednosti iznad 11, 5 u potpunosti zaustavljaju rast ove bakterije (262). Kalcijum hidroksid ostvaruje letalno dejstvo na bakterijsku ćeliju denaturacijom proteina, oštećenjem DNK i citoplazmatske membrane ćelije (263). Gandolfi i sar. su pokazali da kalcijum silikatni materijali u većoj meri oslobađaju kalcijum hidroksid od samih kalcijum hidroksidnih materijala (264). U ovom istraživanju, sve kalcijum silikatne paste su u svim vremenskim intervalima ostvarile visoko alkalne vrednosti.

Najveću alkalnost pokazala je EndoSequence BC pasta. Najviše vrednosti pH ove paste izmerene su nakon 14 dana a najniže nakon 28 dana. Ovi podaci su u skladu sa istraživanjem Zamparini i sar. gde je iRoot SP (pasta istog hemijskog sastava kao EndoSequence BC pasta) takođe pokazala izrazito alkalnu vrednost nakon 14 dana (265) da bi nakon 28 dana došlo do pada pH vrednosti (249, 265).

BioRoot RCS je u ovom istraživanju ostvarila komparabilne vrednosti pH u poređenju sa EndoSequence BC i MTA Fillapex pastom. Visoke pH vrednosti izmerene u prva dva perioda merenja (3h i 24h) a zatim blagi pad pH vrednosti u funkciji vremena su u skladu sa istraživanjem Poggio i sar. (174). Međutim pregledom literature može se videti da je u pojedinim istraživanjima zabeležen konstantan priraštaj pH vrednosti BioRoot RCS paste tokom perioda od 28 dana (159, 175, 266) ili da je i nakon 4 meseca u fosfatnom puferu jedino BioRoot RCS (u poređenju MTA Fillapex i AH Plus) zadržao alkalne vrednosti (176).

Među kalcijum silikatnim pastama, MTA Fillapex pasta je ostvarila najniže pH vrednosti u ovom istraživanju. Najvišu pH vrednost je ostvarila nakon 21. dana. Ovaj nalaz je u saglasnosti sa istraživanjem Viapiana i sar. (59) koji su poredili svojstva eksperimentalnih pasti sa različitim udelom rendgenkontrastnih sredstava. Kao kontrolni materijal su koristili AH Plus i MTA Fillapex pastu. Dok su eksperimentalne paste pokazale visoke pH vrednosti u prve dve nedelje,

MTA Fillapex pasta je vremenom pokazala rast pH vrednosti, ostvarivši najvišu vrednost nakon 21. dana.

Kontrolna AH Plus pasta je ostvarila najniže pH vrednosti u svim vremenskim intervalima. Ovaj rezultat je u skladu sa dosadašnjim istraživanjima (59, 158).

Iako velika rastvorljivost nije poželjno svojstvo pasta za punjenje kanala, kod kalcijum silikatnih pasta ona dovodi do oslobađanja Ca i OH jona stvarajući visoko alkalnu sredinu (247) čime se mogu objasniti rezultati dobijeni u ovom istraživanju.

Poggio i sar. su (174) su utvrdili da je MTA Fillapex pasta imala statistički značajno manju rastvorljivost u odnosu na rastvoljivost BioRoot RCS i TotalFill paste i statistički značajno veću rastvorljivost u odnosu na AH Plus pastu.

U svom istraživanju Siboni i sar. (234) su ispitujući fizičko-hemijska svojstva kalcijum silikatnih pasta ustanovili veću rastvorljivost BioRoot RCS i MTA Fillapex paste (u odnosu na Pulp Canal Sealer i AH Plus pastu. Hidrofilnost BioRoot RCS i MTA Fillapex je dovela do veće rastvorljivosti i poroznosti za razliku od AH Plus i Pulp Canal Sealer pasta koje su na bazi smola i koje su hidrofobne tj. ne apsorbuju vodu. Autori smatraju da je velika rastvorljivost BioRoot RCS paste u destilovanoj vodi u korelaciji sa visokim koncentracijama otpuštenih kalcijumovih i hidroksilnih jona nakon čega na površini materijala ostaju pore. Međutim, potapanjem u simuliranu tkivnu tečnost kalcijumovi joni reaguju sa fosfatnim jonima stvarajući površinski sloj kalcijum fosfata koji popunjava stvorene pore (169) i koji doprinosi boljem rubnom zaptivanju (97).

Studija Gandolfi i sar. (169) je pokazala retke kalcijum fosfatne kristale na površini AH Plus paste nakon potapanja u veštačku tkivnu tečnost. Ovi nalazi su u saglasnosti sa Siboni i sar. (234) gde AH Plus pasta nije pokazala sposobnost otpuštanja jona već je nastajanje kalcijum fosfata na površini povezano sa prisustvom funkcionalanih grupa u materijalu koji apsorbuju jone koji su uključeni u nukleaciju apatita (kalcijum fosfatna depozicija proizašla iz hemi-fizisorpcije).

Može se reći da je visoka alkalnost materijala na bazi kalcijum silikata uslovljena njihovom početnom rastvorljivošću i poroznošću. Rastvorljivost i poroznost ovih materijala u destilovanoj vodi ne daju pravu sliku njihove stabilnosti i integriteta u in vivo uslovima (234). Pokazano je da je rastvorljivost mnogo niža u prisustvu serumskih proteina nego u prisustvu vode pa se pretpostavlja da će se slično desiti i u in vivo uslovima (267). Stvaranje apatita na površini i popunjavanje pora uravnotežava ove nedostatke (234).

Otpuštanje jona iz kalcijum silikatnih materijala može biti uslovljeno različitim faktorima kao što su veličina, gustina i distribucija mineralnih čestica (kalcijum hidroksida ili nehidratiranih čestica cementa), struktura hidratisanog cementnog matriksa (CHS hidrat) koji je zadužen za sorpciju vode, rastvorljivost i propustljivost vode (268). Yamamoto i sar. (268) su ispitivali fizičko-hemijska svojstva prototipa kalcijum-silikatnog cementa, TheraCal LC i ProRoot MTA. TheraCal LC (smolom modifikovan kalcijum silikatni cement) je pokazao niže pH vrednosti u odnosu na druga dva kalcijum silikatna cementa u svim ispitivanim vremenima kao i manje koncentracije kalcijumovih jona. Autori pretpostavljaju da je za smanjeno otpuštanje jona odgovoran smolasti matriks koji dozvoljava samo ograničenu razmenu jona sa okolnom sredinom, što smanjuje obim hidratacije njegovih komponenata usled čega se dolazi do slabijeg izluživanja jona. Takođe, odsustvo kalcijum hidroksida u vezanom TheraCal LC cementu sugerije da izluženi joni kalcijuma nisu u obliku hidroksida (269).

Iako je smola u TheraCal LC cementu na bazi Bis-GMA i PEGDMA, a smola u MTA Fillapex pasti salicilatna, u ovom istraživanju, za niže pH vrednosti MTA Fillapex paste isto može biti odgovoran smolasti matriks i slabija razmena jona, posebno što kod MTA Fillapex paste takođe nije dokazana reakcija hidratacije usled izostanka portlandidne faze (kalcijum hidroksid) (146).

6.5. Diskusija rezultata ispitivanja jačine veze sa dentinom

Adhezivnost pasta za punjenje kanala je jedno od najznačajnijih svojstava i podrazumeva prijanjanje pasta uz zidove kanala i osnovno kanalno punjenje, sa ciljem da se stvori jedinstvena celina. Veza između paste i zidova kanala bi trebalo da frikcionom retencijom ili mikromehaničkom adhezijom obezbedi očuvanje integriteta ovog spoja (192) spreči perkolaciju tečnosti i onemogućiti dislokaciju materijala tokom funkcije žvakanja i operativnih zahvata na zubima (270, 271).

Test smicanja ili *push-out* metoda je metoda izbora za ispitivanje jačine veze, tj. adhezivnosti materijala. U literaturi je najčešće korišćena konvencionalna metoda kod koje se od jednokorenih zuba sečenjem dobijaju transferzalni iseći, a zatim se u predelu kanala korena prepariše otvor koji se ispunjava ispitivanim materijalom /pastom (22, 23, 202, 206, 219). Da bi se minimizirao uticaj varjabilnosti dentina na rezultate testa smicanja, Scelza i sar su predložili nov model *push-out* testa gde se na jednom dentiskom disku pravi više otvora u koji se postavljaju različite paste (197).

U ovom istraživanju, jačine veze kalcijum silikatnih pasta su ispitivane i konvencionalnom i novom metodom (metodom „diska“) da bi se ustanovilo da li postoji razlika u vrednostima jačine veze ispitivanih pasta, kao i da bi se uporedile vrednosti dobijene različitim metodama. Odabirom ovih metoda izbegnuti su nedostaci *push-out* metode na isećima koji su dobijeni sečenjem napunjenih kanala. Kod prethodno napunjenih kanala se koristi i gutaperka koja svojom deformacijom uslovljava neravnomernu distribuciju sile i može uticati na dobijene vrednosti jačine veze (193). Takođe, jedna od najvećih mana sečenja napunjenih zuba u pripremi za test smicanja je neminovna zakrivljenosti kanala korena, koja dovodi do proporcionalnog povećanja otpora pri trenju i uticaja na ishod testa. Isto tako, progresivno smanjenje dijametra kanala od krunične ka apeksnoj trećini stvara potrebu za promenom dijametra utiskivača tokom različitih faza merenja što dodatno komplikuje proceduru (195).

Otpornost na dislokaciju pasta za punjenje uslovljena je različitim faktorima kao što su vrsta punjenja/paste, prisustvo/odsustvo razmaznog sloja, rastvori za ispiranje, oblik kanala korena (C faktor), kao i broj i veličina dentinskih kanalića (205, 272-274).

U ovom istraživanju dentinski diskovi su potapani u rastvor NaOCl pa u 17 % rastvor EDTA sa ciljem uklanjanja razmaznog sloja jer je ovo najrasprostranjeniji protokol irigacije (275). U literaturi ne postoji jedinstven stav po pitanju uticaja razmaznog sloja na jačinu veze kalcijum silikatnih pasta sa dentinom kanala. Upotreba kiselina kao što je EDTA može negativno uticati na formiranje CSH gela (276). El Ma'aita i sar. su utvrdili da uklanjanje razmaznog sloja negativno utiče na jačinu veze kalcijum silikatnih cemenata sa dentinom kanala korena (272). Sa druge strane, Shokouhinejad i sar. su ustanovili da je EndoSequence BC pasta ostvarila komparabilne vrednosti jačine veze sa AH Plus pastom nevezano od prisustva/odsustva razmaznog sloja (211). Ispitujući jačine veze pasta sa dentinom kanala korena, kao kontrolni materijal u ovom istraživanju je korišćena AH Plus pasta. Ova pasta na bazi epoksi smole je dugoročno dimenziono stabilna, nije rastvorljiva i niske je toksičnosti (277). U poređenju sa drugim pasta- ma ostvaruje superiorniju vezu sa dentinom kanala korena (22, 222, 278) i smatra se „zlatnim standardom“ u endodonciji.

Kod obe metode AH Plus pasta je pokazala značajno jaču vezu u odnosu na kalcijum silikatne paste i ovi podaci su u saglasnosti sa podacima iz literature (23, 278). Velika otpornost na dislokaciju se može objasniti hemijskim sastavom ove paste, tj. formiranjem kovalentnih veza između otvorenih epoksidnih prstenova paste i amino grupa prisutnih u kolagenu dentina (209) kao i niskom polimerizacionom kontrakcijom (279). Takođe, kohezija između molekula paste

(280) povećava otpornost na dislokaciju paste što rezultira boljom adhezijom (191). EndoSequence BS i BioRoot RCS paste su pokazale komparabilne vrednosti jačine veze koje su bile statistički značajno više od vrednosti jačine veze MTA Fillapex paste. Ovi podaci su u saglasnosti sa rezultatima više studija u kojima je MTA Fillapex pasta ostvarila slabiju vezu sa dentinom (218, 222, 281).

Slabija otpornost na dislokaciju MTA Fillapex paste se može objasniti njenim hemijskim sastavom odnosno činjenicom da ova pasta pored kalcijum silikatne komponente sadrži i visok procenat smole (282). Mešanjem 2 paste (baza i katalizator) dolazi do reakcije kalcijum silikata sa salicilatnom smolom i do selektivne hidratacije ortosilikatnih jona (283). Neravnoteža brzine reakcije kalcijum silikata i smole ometa reakciju hidratacije što loše utiče na vezivanje paste, a samim tim i na rastvorljivost (100) i otpornost na dislokaciju paste (222, 278). Takođe, MTA Fillapex u svom sastavu sadrži pigmente i bizmut oksid koji učestvujući u reakciji hidratacije negativno utiče i na mehanička svojstva KS paste (283).

Vrednosti jačine veze EndoSequence BC i BioRoot RCS pasta su u skladu sa podacima iz literature (233, 284). Kao što je poznato, kalcijum silikatne paste ostvaruju vezu sa dentinom kanala korena deponovanjem sloja sličnog apatitu. Na međuspoju dve površine, kalcijum oslobođen iz materijala reaguje sa fosfatnim jonima iz tkivne tečnosti stvarajući apatitni sloj koji popunjava površinske poroznosti materijala i koji može dovesti do ekspanzije materijala (285). Takođe je poznato da reakcijom kalcijum silikatnih materijala sa dentinom dolazi do intratubularne inkorporacije jona Ca i Si (166), a vremenom dolazi i do intrafibrilarne depozicije apatita (238) što govori u prilog hemijskoj vezi materijala sa dentinom.

Superiorne vrednosti jačine veze EndoSequence BC paste u odnosu na AH Plus se delom mogu objasniti njenim malim dimenzijama čestica i odličnom viskoznošću koja omogućava adekvatan prodor paste u dentinske kanaliće i anatomske nepravilnosti (211).

Sa druge strane, prema pojedinim istraživanjima, jačina veze pojedinih KS pasta sa dentinom korena slična je ili viša u poređenju sa pastama na bazi smola. Tako su Nagas i sar. (218) ustanovili da Totall Fill BC (po hemijskom sastavu identičan BC pasti) ostvaruje jaču vezu sa dentinom kanala korena u odnosu na AH Plus, Epiphany i MTA Fillapex paste. Erasahan i Aydin (219) su takođe utvrdili da su otpornost na dislokaciju Totall Fill BC i AH Plus pasta komparabilne. Ovi nalazi bi se mogli objasniti razlikama u ekperimentalnom dizajnu studija (anatomske varijacije i /ili tehnike punjenja).

U ovom istraživanju, u okviru svake paste dobijene su slične vrednosti jačine veze sa dentinom nezavisno od trećine zuba. Dobijeni rezultati su u skladu sa podacima iz literature (272, 284). Ipak, Tedesco i sar. su u svom istraživanju dobili više vrednosti jačine veze AH Plus paste u apikalnom regionu u poređenju sa srednjim i kruničnim regionom (208). Visoke vrednosti jačine veze u apeksnoj regiji autori objašnjavaju frikcionim otporom koji je uslovljen anatomijom kanala korena kao i ispoljenim pritiskom tokom lateralne kompakcije gutaperke. Objašnjenje za različite rezultate leži i u drugačijim metodološkim pristupima. Anatomska varijabilnost kanala, varijabilnost dentinskog supstrata kao i neuniformna distribucija stresa pri punjenju kanala gutaperkom su samo neki od faktora koji mogu dovesti do razlike u vrednostima jačine veze paste sa dentinom (208).

Kada se porede vrednosti jačine veze po trećinama za različite paste, u kruničnoj i srednjoj trećini AH plus pasta je ostvarila superiorniju vezu, dok su u apeksnoj trećini vrednosti jačine veze AH Plus paste komparabilne sa vrednostima koje su ostvarile Endosequencce BC i BioRoot RCS pasta. Za manju otpornost na dislokaciju AH paste u apeksnoj trećini može biti odgovorna iregularna građa dentina u apeksnom delu korena sa više sklerotičnog dentina i manjim brojem

dentinskih kanalića što dovodi do slabije infiltracije paste u kanaliće, slabije adaptacije i povećanog mikrocurenja (286).

Rezultati dobijeni „disk“ metodom su u saglasnosti sa podacima iz literature (222, 282). Upotreba „disk“ metode ima za cilj da uniformiše uzorke, tj da elimiše varjabilnosti koje se tiču starosti zuba, mineralizacije i čvrstoće (192, 197). To je potvrđeno i u ovom istraživanju, gde poredeći dve metode, nije bilo statistički značajne razlike u pogledu dobijenih vrednosti jačine veze pasta sa dentinom, ali su „disk“ metodom zabeleženi manje dispergovani rezultati .

7. ZAKLJUČCI

Na osnovu ispitivanja fizičko-hemijskih svojstava i jačine veze kalcijum silikatnih pasta sa dentinom kanala korena može se zaključiti sledeće:

- Sve paste su u oba vremenska intervala demonstrirale prisustvo pora.
- Najveći deo ukupne poroznosti je činila otvorena poroznost.
- Nakon 7 dana AH Plus pasta je ispoljila statistički značajno manju poroznost u odnosu MTA Fillapex pastu, poroznost EndoSequence BC i BioRoot RCS pasta je bila komparabilna sa poroznošću MTA Fillapex paste.
- Nakon 6 meseci poroznost AH Plus i EndoSequence BC pasta je bila značajno manja u odnosu na poroznost MTA Fillapex i BioRoot RCS pasta.
- AH Plus i EndoSequence BC su pokazale diskretan trend smanjenja, a BioRoot RCS i MTA Fillapex blagi trend povećanja poroznosti u funkciji vremena, s tim da ove promene nisu bile statistički značajne.
- Nakon 7 dana, kod svih pasta najveća poroznost je zabeležena u kruničnoj trećini korena, dok su u srednjoj i apeksnoj trećini vrednosti bile komparabilne.
- Nakon 6 meseci, u kruničnoj trećini AH Plus i EndoSequence BC paste su pokazale značajno manju poroznost u odnosu na BioRoot RCS i MTA Fillapex paste.
- Nakon 6 meseci u srednjoj trećini je uočena statistički značajno veća poroznost MTA Fillapex paste u odnosu na AH Plus pastu.
- Nakon 6 meseci EndoSequence BC i AH Plus su pokazale sličnu poroznost u apeksnoj trećini, značajno manju od BioRoot RCS i MTA Fillapex paste.
- Kod svih pasta u oba vremena merenja, najzastupljenije su bile najmanje pore, prečnika 10 μm do 50 μm .
- Najveće pore su ustanovljene kod AH Plus paste, dok ovih pora kod MTA Fillapex paste nije bilo.
- EndoSequence BC pasta je pokazala tendenciju smanjenja veličine pora u funkciji vremena.
- BioRoot RCS pasta je pokazala blagu tendenciju rasta pora srednje veličine kao i smanjenje zastupljenosti najvećih pora.
- Najveću savojnu čvrstoću je ostvarila AH Plus pasta i ona je bila statistički značajno veća od savojne čvrstoće ostale tri paste koje su pokazale komparabilne vrednosti savojne čvrstoće.
- Najveću rendgenkontrastnost je ostvarila EndoSequence BC pasta sa značajno višim vrednostima u odnosu na AH Plus i BioRoot RCS paste.
- MTA Fillapex nije ispunila ISO standard po pitanju rendgenkontrastnosti.
- Najniža pH vrednost zabeležena je kod AH Plus paste nakon 24h, dok je najvišu pH vrednost ostvarila EndoSequence BC pasta, nakon 14 dana.
- pH vrednosti AH Plus paste su u svim merenjima bile niže od pH vrednosti sve tri kalcijum silikatne paste.
- Najviše varijacija u vrednostima pH bilo je u periodu od 3. do 21. dana.

- Nakon 28 dana pH vrednosti svih pasta su bile slične.
- Trećina korena nije imala uticaj na jačinu veze merenja jačine veze sa dentinom kanala korena.
- U kruničnoj i srednjoj trećini kanala korena, kod AH Plus paste je zabeležena statistički značajno jača veza sa kanalom korena u odnosu na MTA Fillapex pastu.
- EndoSequence BC i BioRoot RCS paste su demonstrirale sličnu jačinu veze značajno nižih vrednosti u odnosu na AH Plus pastu i ali značajno viših u odnosu na MTA Fillapex pastu.
- U apeksnoj trećini AH Plus, EndoSequence BC i BioRoot RCS paste su ostvarile statistički značajno jaču vezu u odnosu na MTA Fillapex pastu.
- Kod ispitivanja jačine veze disk metodom, najveće vrednosti izmerene su kod AH Plus paste, dok su najniže vrednosti zabeležene kod MTA Fillapex paste.
- EndoSequence BC i BioRoot RCS su ostvarile vezu komparabilnih vrednosti.
- Iako bez statistički značajne razlike u rezultatima pri poređenju dve metode za ispitivanje jačine veze, kod disk metode su uočeni manje dispergovani rezultati.

Rezultati ove doktorske disertacije pokazuju da su sve ispitivane paste demonstrirale određen stepen poroznosti, s tim da je EndoSequence BC pasta slično kontrolnoj AH Plus pasti pokazala tendenciju smanjenja pora u funkciji vremena. MTA Fillapex pasta nije ispunila kriterijume ISO standarda u pogledu rendgenkontrasnosti. Sve ispitivane kalcijum silikatne paste su ostvarile značajno niže vrednosti savojne čvrstoće kao i jačine veze sa dentinom u odnosu na kontrolnu AH Plus pastu. Sve kalcijum silikatne paste su ostvarile značajno više vrednosti pH u odnosu na kontrolnu AH Plus pastu. Unutar kalcijum silikatnih pasti, EndoSequence BC pasta je demonstrirala najmanju poroznost, najveću rendgenkontrasnost kao i najveću alkalnost.

8. LITERATURA

1. ElAyouti A, Achleithner C, Löst C, Weiger R. Homogeneity and Adaptation of a New Gutta-Percha Paste to Root Canal Walls. *Journal of Endodontics*. 2005;31(9):687-90.
2. Almeida KGB, Scheibe KGBA, Oliveira AEF, Alves CMC, Costa JF. Influence of human and bovine substrate on the microleakage of two adhesive systems. *Journal of Applied Oral Science*. 2009;17(2):92-6.
3. Bodanezi A, Munhoz EA, Capelozza ALÁ, Bernardineli N, Moraes IGd, Garcia RB, et al. Influence of root canal sealer on the radiographic appearance of filling voids in maxillary single-rooted teeth. *Journal of Applied Oral Science*. 2012;20(4):404-9.
4. Zielinski TM, Baumgartner JC, Marshall JG. An evaluation of Guttaflow and gutta-percha in the filling of lateral grooves and depressions. *Journal of Endodontics*. 2008;34(3):295-8.
5. Cobankara FK, Orucoglu H, Sengun A, Belli S. The quantitative evaluation of apical sealing of four endodontic sealers. *Journal of Endodontics*. 2006;32(1):66-8.
6. Venturi M, Di Lenarda R, Prati C, Breschi L. An in vitro model to investigate filling of lateral canals. *Journal of Endodontics*. 2005;31(12):877-81.
7. ØRstavig D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. *Endodontic Topics*. 2005;12(1):25-38.
8. Pitt Ford TR. Endodontic materials and techniques. *Current Opinion in Dentistry*. 1991;1(6):729-33.
9. Spangberg L, Engström B, Langeland K. Biologic effects of dental materials. 3. Toxicity and antimicrobial effect of endodontic antiseptics in vitro. *Oral Surgery, Oral Medicine, and Oral Pathology*. 1973;36(6):856-71.
10. Williams DF. *The Williams Dictionary of Biomaterials 1999*: Liverpool University Press.
11. Camilleri J, Montesin FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Ford TRP. The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dental Materials*. 2005;21(4):297-303.
12. Chong B, Pitt Ford T, Hudson M. A prospective clinical study of Mineral Trioxide Aggregate and IRM when used as root-end filling materials in endodontic surgery. *International Endodontic Journal*. 2003;36(8):520-6.
13. Torabinejad M, Hong C-U, Lee S-J, Monsef M, Pitt Ford TR. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. *Journal of Endodontics*. 1995;21(12):603-8.
14. Holland R, de SOUZA V, Nery MJ, Faraco Júnior IM, Bernabé P, Otoboni Filho JA, et al. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tube filled with mineral trioxide aggregate, Portland cement or calcium hydroxide. *Brazilian Dental Journal*. 2001;12(1):3-8.
15. Witherspoon DE, Small JC, Regan JD, Nunn M. Retrospective analysis of open apex teeth obturated with mineral trioxide aggregate. *Journal of Endodontics*. 2008;34(10):1171-6.
16. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *Journal of Endodontics*. 2010;36(1):16-27.

17. Bozeman TB, Lemon RR, Eleazer PD. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. *Journal of Endodontics*. 2006;32(5):425-8.
18. Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. Biomineralization Ability and Interaction of Mineral Trioxide Aggregate and White Portland Cement With Dentin in a Phosphate-containing Fluid. *Journal of Endodontics*. 2009;35(5):731-6.
19. Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *Journal of Endodontics*. 2005;31(2):97-100.
20. Camilleri J. Evaluation of selected properties of mineral trioxide aggregate sealer cement. *Journal of Endodontics*. 2009;35(10):1412-7.
21. Han L, Okiji T. Bioactivity evaluation of three calcium silicate-based endodontic materials. *International Endodontic Journal* 2013;46(9):808-14.
22. Sagsen B, Ustün Y, Demirbuga S, Pala K. Push-out bond strength of two new calcium silicate-based endodontic sealers to root canal dentine. *International Endodontic Journal*. 2011;44(12):1088-91.
23. Oliveira D, Cardoso M, Queiroz T, Silva E, Souza E, De-Deus G. Suboptimal push-out bond strengths of calcium silicate-based sealers. *International Endodontic Journal*. 2016;49(8):796-801.
24. International Organization for Standardization. *Dentistry — Root canal sealing materials. ISO 6876: 2012*.
25. Shemesh H, van den Bos M, Wu MK, Wesselink PR. Glucose penetration and fluid transport through coronal root structure and filled root canals. *International Endodontic Journal* 2007;40(11):866-72.
26. Somma F, Cretella G, Carotenuto M, Pecci R, Bedini R, De Biasi M, et al. Quality of thermoplasticized and single point root fillings assessed by micro-computed tomography. *International Endodontic Journal* 2011;44(4):362-9.
27. Atmeh AR, Chong EZ, Richard G, Festy F, Watson TF. Dentin-cement interfacial interaction: calcium silicates and polyalkenoates. *Journal of Dental Research*. 2012;91(5):454-9.
28. Ordinola-Zapata R, Bramante CM, Graeff MS, del Carpio Perochena A, Vivan RR, Camargo EJ, et al. Depth and percentage of penetration of endodontic sealers into dentinal tubules after root canal obturation using a lateral compaction technique: a confocal laser scanning microscopy study. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*. 2009;108(3):450-7.
29. Camilleri J. Classification of Hydraulic Cements Used in Dentistry. *Frontiers in Dental Medicine*. 2020;1(9).
30. Torabinejad M, Chivian N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. *Journal of Endodontics*. 1999;25(3):197-205.
31. Drukteinis S, Camilleri, Josette. *Bioceramic Materials in Clinical Endodontics 2021:Springer International Publishing*.
32. Witte D. The filling of a root canal with Portland cement. *German quarterly for dentistry. J Cent Assoc Ger Dent*. 1878;18:153-4.
33. Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. *International Endodontic Journal*. 2007;40(6):462-70.
34. Camilleri J. *Mineral Trioxide Aggregate in Dentistry, From Preparation to Application*. 2014:Springer-Verlag Berlin Heidelberg.

35. International Standards Organization. Dentistry—Water-Based Cements— Part 1: Powder/Liquid Acid-Base Cements. ISO 9917-1 (2007).
36. Camilleri J, Kralj P, Veber M, Sinagra E. Characterization and analyses of acid-extractable and leached trace elements in dental cements. *International Endodontic Journal*. 2012;45(8):737-43.
37. Chang SW, Shon WJ, Lee W, Kum KY, Baek SH, Bae KS. Analysis of heavy metal contents in gray and white MTA and 2 kinds of Portland cement: a preliminary study. *Oral surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontics*. 2010;109(4):642-6.
38. Demirkaya K, Demirdöğen BC, Torun ZÖ, Erdem O, Tunca YM. The effects of hydraulic calcium silicate containing endodontic materials on oxidative stress in erythrocytes and liver. *Turkish Journal of Biochemistry*. 2018;43(3):333-41.
39. Demirkaya K, Demirdöğen BC, Torun Z, Erdem O, Çırak E, Tunca YM. Brain aluminium accumulation and oxidative stress in the presence of calcium silicate dental cements. *Human & Experimental Toxicology*. 2017;36(10):1071-80.
40. Forbes WF, Gentleman JF. Risk factors, causality, and policy initiatives: the case of aluminum and mental impairment. *Experimental Gerontology*. 1998;33(1-2):141-54.
41. Ding S-J, Shie M-Y, Wang C-Y. Novel fast-setting calcium silicate bone cements with high bioactivity and enhanced osteogenesis in vitro. *Journal of Materials Chemistry*. 2009;19(8):1183-90.
42. Zhong H, Wang L, He L, Jiang W, Zhai W, Lin K, et al. Fabrication and Characterization of Tricalcium Silicate Bioceramics with High Mechanical Properties by Spark Plasma Sintering. *International Journal of Applied Ceramic Technology*. 2011;8(3):501-10.
43. Camilleri J. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011;27(8):836-44.
44. Abdullah D, Pitt Ford TR, Papaioannou S, Nicholson J, McDonald F. An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. *Biomaterials*. 2002;23(19):4001-10.
45. Hong S-T, Bae K-S, Baek S-H, Kum K-Y, Lee W. Microleakage of Accelerated Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement in an In Vitro Apexification Model. *Journal of Endodontics*. 2008;34(1):56-8.
46. Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dental Materials*. 2013;29(5):580-93.
47. Sato T, Beaudoin JJ. Effect of nano-CaCO₃ on hydration of cement containing supplementary cementitious materials. *Advances in Cement Research*. 2011;23(1):33-43.
48. Wiltbank KB, Schwartz SA, Schindler WG. Effect of selected accelerants on the physical properties of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Journal of Endodontics*. 2007;33(10):1235-8.
49. Lee B-N, Hong J-U, Kim S-M, Jang J-H, Chang H-S, Hwang Y-C, et al. Anti-inflammatory and Osteogenic Effects of Calcium Silicate-based Root Canal Sealers. *Journal of Endodontics*. 2019;45(1):73-8.
50. Nano Endodontic cement US patent application no. 13/211.880.
51. Saghiri MA, Asgar K, Lotfi M, Garcia-Godoy F. Nanomodification of mineral trioxide aggregate for enhanced physiochemical properties. *International Endodontic Journal*. 2012;45(11):979-88.

52. Schembri-Wismayer P, Camilleri J. Why Biphasic? Assessment of the Effect on Cell Proliferation and Expression. *Journal of Endodontics*. 2017;43(5):751-9.
53. Koutroulis A, Kuehne SA, Cooper PR, Camilleri J. The role of calcium ion release on biocompatibility and antimicrobial properties of hydraulic cements. *Scientific Reports*. 2019;9(1):19019.
54. Camilleri J, Gandolfi MG, Siboni F, Prati C. Dynamic sealing ability of MTA root canal sealer. *International Endodontic Journal*. 2011;44(1):9-20.
55. Paillere AM BBM, Akman S. Applications of admixtures for concrete. RILEM Technical Committees. 2012.
56. Duarte MAH, Alves de Aguiar K, Zeferino MA, Vivian RR, Ordinola-Zapata R, Tanomaru-Filho M, et al. Evaluation of the propylene glycol association on some physical and chemical properties of mineral trioxide aggregate. *International Endodontic Journal*. 2012;45(6):565-70.
57. Camilleri J. Mineral trioxide aggregate: present and future developments. *Endodontic Topics*. 2015;32(1):31-46.
58. Camilleri J. Tricalcium silicate cements with resins and alternative radiopacifiers. *Journal of Endodontics*. 2014;40(12):2030-5.
59. Viapiana R, Guerreiro-Tanomaru JM, Hungaro-Duarte MA, Tanomaru-Filho M, Camilleri J. Chemical characterization and bioactivity of epoxy resin and Portland cement-based sealers with niobium and zirconium oxide radiopacifiers. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2014;30(9):1005-20.
60. Camilleri J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. *International Endodontic Journal*. 2008;41(5):408-17.
61. Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radioopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. *Journal of Endodontics*. 2007;33(3):295-8.
62. Darvell BW. Introduction. *Endodontic Materials in Clinical Practice* 2021. p. 1-13.
63. <https://www.meta-europe.com/en/produkt/ceraseal/>.
64. https://www.fkg.ch/sites/default/files/FKG_TotalFill%20BC%20Sealer_Safety%20data%20sheet.pdf.
65. Komabayashi T, Colmenar D, Cvach N, Bhat A, Primus C, Imai Y. Comprehensive review of current endodontic sealers. *Dental Materials Journal*. 2020;39(5):703-20.
66. De Souza ET, Nunes Tameirão MD, Roter JM, De Assis JT, De Almeida Neves A, De-Deus GA. Tridimensional quantitative porosity characterization of three set calcium silicate-based repair cements for endodontic use. *Microscopic Research Technique*. 2013;76(10):1093-8.
67. Peters OA, Laib A, Rügsegger P, Barbakow F. Three-dimensional analysis of root canal geometry by high-resolution computed tomography. *Journal of Dental Research*. 2000;79(6):1405-9.
68. Mitchell CA, Douglas WH. Comparison of the porosity of hand-mixed and capsulated glass-ionomer luting cements. *Biomaterials*. 1997;18(16):1127-31.
69. Ørstavik D, Nordahl I, Tibballs JE. Dimensional change following setting of root canal sealer materials. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2001;17(6):512-9.
70. Milanovic I, Milovanovic P, Antonijevic D, Dzeletovic B, Djuric M, Miletic V. Immediate and Long-Term Porosity of Calcium Silicate-Based Sealers. *Journal of Endodontics*. 2020;46(4):515-23.

71. Gharib SR, Tordik PA, Imamura GM, Baginski TA, Goodell GG. A confocal laser scanning microscope investigation of the epiphany obturation system. *Journal of Endodontics*. 2007;33(8):957-61.
72. Kokkas AB, Boutsoukias A, Vassiliadis LP, Stavrianos CK. The influence of the smear layer on dentinal tubule penetration depth by three different root canal sealers: an in vitro study. *Journal of Endodontics*. 2004;30(2):100-2.
73. Schäfer E, Köster M, Bürklein S. Percentage of gutta-percha-filled areas in canals instrumented with nickel-titanium systems and obturated with matching single cones. *Journal of Endodontics*. 2013;39(7):924-8.
74. Li GH, Niu LN, Selem LC, Eid AA, Bergeron BE, Chen JH, et al. Quality of obturation achieved by an endodontic core-carrier system with crosslinked gutta-percha carrier in single-rooted canals. *Journal of Dentistry*. 2014;42(9):1124-34.
75. Gwinnett AJ, Kanca J, 3rd. Micromorphological relationship between resin and dentin in vivo and in vitro. *American Journal of Dentistry*. 1992;5(1):19-23.
76. Gondim Jr E, Zaia AA, Gomes BPPA, Ferraz CCR, Teixeira FB, Souza-Filho FJ. Investigation of the marginal adaptation of root-end filling materials in root-end cavities prepared with ultrasonic tips. *International Endodontic Journal*. 2003;36(7):491-9.
77. Kerckhofs G, Schrooten J, Cleynenbreugel TV, Lomov SV, Wevers M. Validation of x-ray microfocus computed tomography as an imaging tool for porous structures. *Review of Scientific Instruments*. 2008;79(1):013711.
78. Bjørndal L, Carlsen O, Thuesen G, Darvann T, Kreiborg S. External and internal macromorphology in 3D-reconstructed maxillary molars using computerized X-ray microtomography. *International Endodontic Journal*. 1999;32(1):3-9.
79. Nielsen RB, Alyassin AM, Peters DD, Carnes DL, Lancaster J. Microcomputed tomography: an advanced system for detailed endodontic research. *Journal of Endodontics*. 1995;21(11):561-8.
80. Rhodes JS, Ford TRP, Lynch JA, Liepins PJ, Curtis RV. Micro-computed tomography: a new tool for experimental endodontology. *International Endodontic Journal*. 1999;32(3):165-70.
81. Verdonschot N, Fennis, W. M., Kuijs, R. H., Stolk, J., Kreulen, C. M., & Creugers, N. H. . Generation of 3-D finite element models of restored human teeth using micro-CT techniques. *International Journal of Prosthodontics*. 2001;14(4).
82. Jung M, Lommel D, Klimek J. The imaging of root canal obturation using micro-CT. *International Endodontic Journal*. 38(9):617-26.
83. Buchman SR, Sherick DG, Goulet RW, Goldstein SA. Use of microcomputed tomography scanning as a new technique for the evaluation of membranous bone. *Journal of Craniofacial Surgery*. 9(1):48-54.
84. Muller R, Van Campenhout H, Van Damme B, Van Der Perre G, Dequeker J, Hildebrand T, et al. Morphometric analysis of human bone biopsies: a quantitative structural comparison of histological sections and micro-computed tomography. *Bone*. 23(1):59-66.
85. Ueno T, Mizukawa N, Sugahara T. Experimental study of bone formation from autogenous periosteal graft following insulin-like growth factor I administration. *Journal of cranio-maxillo-facial surgery : official publication of the European Association for Cranio-Maxillo-Facial Surgery*. 1999;27(5):308-13.
86. Balto K, Muller R, Carrington DC, Dobeck J, Stashenko P. Quantification of periapical bone destruction in mice by micro-computed tomography. *Journal of Dental Research*. 79(1):35-40.

87. Spoor CF, Zonneveld FW, Macho GA. Linear measurements of cortical bone and dental enamel by computed tomography: applications and problems. *American Journal of Physical Anthropology*. 1993;91(4):469-84.
88. Verdonschot N, Fennis WM, Kuijs RH, Stolk J, Kreulen CM, Creugers NH. Generation of 3-D finite element models of restored human teeth using micro-CT techniques. *International Journal of Prosthodontics*. 2001;14(4).
89. Dowker SE, Davis GR, Elliott JC. X-ray microtomography: nondestructive three-dimensional imaging for in vitro endodontic studies. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*. 1997;83(4):510-6.
90. Verma P, Love RM. A Micro CT study of the mesiobuccal root canal morphology of the maxillary first molar tooth. *International Endodontic Journal*. 2011;44(3):210-7.
91. Hübscher W, Barbakow F, Peters OA. Root-canal preparation with FlexMaster: canal shapes analysed by micro-computed tomography. *International Endodontic Journal*. 2003;36(11):740-7.
92. Peters OA, Laib A, Göhring TN, Barbakow F. Changes in root canal geometry after preparation assessed by high-resolution computed tomography. *Journal of Endodontics*. 2001;27(1):1-6.
93. Markvart M, Darvann TA, Larsen P, Dalstra M, Kreiborg S, Bjørndal L. Micro-CT analyses of apical enlargement and molar root canal complexity. *International Endodontic Journal*. 2012;45(3):273-81.
94. Metzger Z, Zary R, Cohen R, Teperovich E, Paqué F. The quality of root canal preparation and root canal obturation in canals treated with rotary versus self-adjusting files: a three-dimensional micro-computed tomographic study. *Journal of Endodontics*. 2010;36(9):1569-73.
95. Epley SR, Fleischman J, Hartwell G, Cicalese C. Completeness of root canal obturations: Epiphany techniques versus gutta-percha techniques. *Journal of Endodontics*. 2006;32(6):541-4.
96. Huuonen S, Kvist T, Gröndahl K, Molander A. Diagnostic value of computed tomography in re-treatment of root fillings in maxillary molars. *International endodontic journal*. 2006;39(10):827-33.
97. Gandolfi MG, Parrilli AP, Fini M, Prati C, Dummer PM. 3D micro-CT analysis of the interface voids associated with Thermafil root fillings used with AH Plus or a flowable MTA sealer. *International Endodontic Journal*. 2013;46(3):253-63.
98. Huang Y, Celikten B, de Faria Vasconcelos K, Ferreira Pinheiro Nicolielo L, Lippiatt N, Buyuksungur A, et al. Micro-CT and nano-CT analysis of filling quality of three different endodontic sealers. *Dentomaxillofacial Radiology*. 2017;46:20170223.
99. HUANG Y, ORHAN K, CELIKTEN B, ORHAN AeI, TUFENKCI P, SEVIMAY S. Evaluation of the sealing ability of different root canal sealers: a combined SEM and micro-CT study. *Journal of Applied Oral Science*. 2018;26.
100. Silva EJ, Perez R, Valentim RM, Belladonna FG, De-Deus GA, Lima IC, et al. Dissolution, dislocation and dimensional changes of endodontic sealers after a solubility challenge: a micro-CT approach. *International Endodontic Journal*. 2017;50(4):407-14.
101. Moizadeh AT, Zerbst W, Boutsoukis C, Shemesh H, Zaslansky P. Porosity distribution in root canals filled with gutta percha and calcium silicate cement. *Dental Materials*. 2015;31(9):1100-8.
102. Viapiana R, Moizadeh AT, Camilleri L, Wesselink PR, Tanomaru Filho M, Camilleri J. Porosity and sealing ability of root fillings with gutta-percha and BioRoot RCS or AH Plus sealers. Evaluation by three ex vivo methods. *International Endodontic Journal*. 2016;49(8):774-82.

103. Camilleri J. Sealers and warm gutta-percha obturation techniques. *Journal of Endodontics*. 2015;41(1):72-8.
104. Xuereb M, Vella P, Damidot D, Sammut CV, Camilleri J. In situ assessment of the setting of tricalcium silicate-based sealers using a dentin pressure model. *Journal of Endodontics*. 2015;41(1):111-24.
105. Pedullà E, Abiad RS, Conte G, La Rosa GR, Rapisarda E, Neelakantan P. Root fillings with a matched-taper single cone and two calcium silicate-based sealers: an analysis of voids using micro-computed tomography. *Clinical Oral Investigations*. 2020;24(12):4487-92.
106. Gandolfi MG, Siboni F, Prati C. Properties of a novel polysiloxane-guttapercha calcium silicate-bioglass-containing root canal sealer. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2016;32(5):e113-26.
107. Sorensen JA, Martinoff JT. Intracoronar reinforcement and coronal coverage: a study of endodontically treated teeth. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1984;51(6):780-4.
108. Trabert K, Caputo A, Abou-Rass M. Tooth fracture\3-A comparison of endodontic and restorative treatments. *Journal of Endodontics*. 1978;4(11):341-5.
109. Assif D, Gorfil C. Biomechanical considerations in restoring endodontically treated teeth. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1994;71(6):565-7.
110. Assif D, Oren E, Marshak BL, Aviv I. Photoelastic analysis of stress transfer by endodontically treated teeth to the supporting structure using different restorative techniques. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1989;61(5):535-43.
111. Fernandes AS, Shetty S, Coutinho I. Factors determining post selection: a literature review. *Journal of Prosthetic Dent*. 2003;90(6):556-62.
112. Gordon J. *The new science of strong materials*. 2nd edition, Princeton University Press. 2018.
113. Arola D. Fatigue testing of biomaterials and their interfaces. *Dental Materials*. 2017;33(4):367-81.
114. Kinney JH, Marshall SJ, Marshall GW. The mechanical properties of human dentin: a critical review and re-evaluation of the dental literature. *Critical reviews in oral biology and medicine : an official publication of the American Association of Oral Biologists*. 2003;14(1):13-29.
115. Plotino G, Grande NM, Bedini R, Pameijer CH, Somma F. Flexural properties of endodontic posts and human root dentin. *Dental Materials*. 2007;23(9):1129-35.
116. Walker MP, Diliberto A, Lee C. Effect of setting conditions on mineral trioxide aggregate flexural strength. *Journal of Endodontics*. 2006;32(4):334-6.
117. Natale LC, Rodrigues MC, Xavier TA, Simões A, de Souza DN, Braga RR. Ion release and mechanical properties of calcium silicate and calcium hydroxide materials used for pulp capping. *International Endodontic Journal*. 2015;48(1):89-94.
118. Formosa LM, Mallia B, Camilleri J. Mineral trioxide aggregate with anti-washout gel - properties and microstructure. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2013;29(3):294-306.
119. Roy CO, Jeansonne BG, Gerrets TF. Effect of an acid environment on leakage of root-end filling materials. *Journal of Endodontics*. 2001;27(1):7-8.
120. Huang X-q, Camba J, Gu L-s, Bergeron BE, Ricucci D, Pashley DH, et al. Mechanism of bio-active molecular extraction from mineralized dentin by calcium hydroxide and tricalcium silicate cement. *Dental Materials*. 2018;34(2):317-30.

121. Sawyer AN, Nikonov SY, Pancio AK, Niu L-n, Agee KA, Loushine RJ, et al. Effects of calcium silicate-based materials on the flexural properties of dentin. *Journal of Endodontics*. 2012;38(5):680-3.
122. Yassen GH, Platt JA. The effect of nonsetting calcium hydroxide on root fracture and mechanical properties of radicular dentine: a systematic review. *International Endodontic Journal*. 2013;46(2):112-8.
123. Ballal NV, Sona M, Tay FR. Effects of smear layer removal agents on the physical properties and microstructure of mineral trioxide aggregate cement. *Journal of Dentistry*. 2017;66:32-6.
124. Antonijević Đ. Varijacije rendgenske slike cementnih materijala i kompozitnih kočica zavisno od njihovog sastava i primenjene radiografske metode. 2012: Doktorska disertacija.
125. Camilleri J, Gandolfi MG. Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. *International Endodontic Journal*. 2010;43(1):21-30.
126. Tagger M, Katz A. A standard for radiopacity of root-end (retrograde) filling materials is urgently needed. *International Endodontic Journal*. 2004;37(4):260-4.
127. Hwang Y-C, Lee S-H, Hwang I-N, Kang I-C, Kim M-S, Kim S-H, et al. Chemical composition, radiopacity, and biocompatibility of Portland cement with bismuth oxide. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*. 2009;107(3):e96-e102.
128. Instruments, Equipment. ANSI/ADA specification no. 57 for endodontic filling materials. *Journal of the American Dental Association*. 2000;108.
129. Katz A, Kaffe I, Littner M, Tagger M, Tamse A. Densitometric measurement of radiopacity of gutta-percha cones and root dentin. *Journal of Endodontics*. 1990;16(5):211-3.
130. Watts DC, McCabe JF. Aluminium radiopacity standards for dentistry: an international survey. *Journal of Dentistry*. 1999;27(1):73-8.
131. Devito KL, Ortega AI, Haiter-Neto F. Radiopacity of calcium hydroxide cement compared with human tooth structure. *Journal of Applied Oral Science*. 2004;12:290-3.
132. Kim E-C, Lee B-C, Chang H-S, Lee W, Hong C-U, Min K-S. Evaluation of the radiopacity and cytotoxicity of Portland cements containing bismuth oxide. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*. 2008;105(1):e54-e7.
133. Lee Y-L, Lee B-S, Lin F-H, Lin AY, Lan W-H, Lin C-P. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. *Biomaterials*. 2004;25(5):787-93.
134. Saliba E, Abbassi-Ghadi S, Vowles R, Camilleri J, Hooper S, Camilleri J. Evaluation of the strength and radiopacity of Portland cement with varying additions of bismuth oxide. *International Endodontic Journal*. 2009;42(4):322-8.
135. ISLAM I. Comparison of the physical properties and sealing ability of MTA and portland cement. 2005.
136. Camilleri J, Montesin FE, Papaioannou S, McDonald F, Pitt Ford TR. Biocompatibility of two commercial forms of mineral trioxide aggregate. *International Endodontic Journal*. 2004;37(10):699-704.
137. Ioannidis K, Mistakidis I, Beltes P, Karagiannis V. Spectrophotometric analysis of coronal discolouration induced by grey and white MTA. *International Endodontic Journal*. 2013;46(2):137-44.
138. Moore A, Howley MF, O'Connell AC. Treatment of open apex teeth using two types of white mineral trioxide aggregate after initial dressing with calcium hydroxide in children. *Dental Traumatology*. 2011;27(3):166-73.

139. Camilleri J. Color stability of white mineral trioxide aggregate in contact with hypochlorite solution. *Journal of Endodontics*. 2014;40(3):436-40.
140. Marciano MA. Potential tooth staining due to root canal sealers containing bismuth oxide and formaldehyde. *ENDO-Endodontic Practice Today*. 2015;9(1):39-45.
141. Marciano MA, Costa RM, Camilleri J, Mondelli RF, Guimarães BM, Duarte MA. Assessment of color stability of white mineral trioxide aggregate angelus and bismuth oxide in contact with tooth structure. *Journal of Endodontics*. 2014;40(8):1235-40.
142. Bortoluzzi EA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Duarte MAH. Radiographic effect of different radiopacifiers on a potential retrograde filling material. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*. 2009;108(4):628-32.
143. Cutajar A, Mallia B, Abela S, Camilleri J. Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011;27(9):879-91.
144. Duarte MAH, D'arc de Oliveira El G, Vivan RR, Tanomaru JMG, Tanomaru Filho M, de Moraes IG. Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. *Journal of endodontics*. 2009;35(5):737-40.
145. Camilleri J. Hydration Characteristics of Calcium Silicate Cements with Alternative Radiopacifiers Used as Root-end Filling Materials. *Journal of Endodontics*. 2010;36(3):502-8.
146. Marciano MA, Duarte MAH, Camilleri J. Calcium silicate-based sealers: Assessment of physicochemical properties, porosity and hydration. *Dental Materials*. 2016;32(2):e30-e40.
147. Silva GF, Bosso R, Ferino RV, Tanomaru-Filho M, Bernardi MIB, Guerreiro-Tanomaru JM, et al. Microparticulated and nanoparticulated zirconium oxide added to calcium silicate cement: Evaluation of physicochemical and biological properties. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2014;102(12):4336-45.
148. Marconyak LJ, Jr., Kirkpatrick TC, Roberts HW, Roberts MD, Aparicio A, Himel VT, et al. A Comparison of Coronal Tooth Discoloration Elicited by Various Endodontic Reparative Materials. *Journal of Endodontics*. 2016;42(3):470-3.
149. Camilleri J, Cutajar A, Mallia B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-end filling material. *Dental Materials*. 2011;27(8):845-54.
150. Silva GF, Tanomaru-Filho M, Bernardi MIB, Guerreiro-Tanomaru JM, Cerri PS. Niobium pentoxide as radiopacifying agent of calcium silicate-based material: evaluation of physicochemical and biological properties. *Clinical Oral Investigations*. 2015;19(8):2015-25.
151. Tanomaru JMG, Storto I, Da Silva GF, Bosso R, Costa BC, Bernardi MIB, et al. Radiopacity, pH and antimicrobial activity of Portland cement associated with micro- and nanoparticles of zirconium oxide and niobium oxide. *Dental Materials Journal*. 2014:2013-328.
152. Leitune VC, Collares FM, Takimi A, de Lima GB, Petzhold CL, Bergmann CP, et al. Niobium pentoxide as a novel filler for dental adhesive resin. *Journal of Dentistry*. 2013;41(2):106-13.
153. Tanomaru-Filho M, Silva GFd, Duarte MAH, Gonçalves M, Tanomaru JMG. Radiopacity evaluation of root-end filling materials by digitization of images. *Journal of Applied Oral Science*. 2008;16(6):376-9.
154. Camilleri J. Evaluation of the physical properties of an endodontic Portland cement incorporating alternative radiopacifiers used as root-end filling material. *International Endodontic Journal*. 2010;43(3):231-40.

155. Gorduysus M, Avcu N. Evaluation of the radiopacity of different root canal sealers. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*. 2009;108(3):e135-e40.
156. Porter ML, Bertó A, Primus CM, Watanabe I. Physical and chemical properties of new-generation endodontic materials. *Journal of Endodontics*. 2010;36(3):524-8.
157. Chen B, Haapasalo M, Mobuchon C, Li X, Ma J, Shen Y. Cytotoxicity and the Effect of Temperature on Physical Properties and Chemical Composition of a New Calcium Silicate-based Root Canal Sealer. *Journal of Endodontics*. 2020;46(4):531-8.
158. Zordan-Bronzel CL, Esteves Torres FF, Tanomaru-Filho M, Chávez-Andrade GM, Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM. Evaluation of Physicochemical Properties of a New Calcium Silicate-based Sealer, Bio-C Sealer. *Journal of Endodontics*. 2019;45(10):1248-52.
159. Khalil I, Naaman A, Camilleri J. Properties of Tricalcium Silicate Sealers. *Journal of Endodontics*. 2016;42(10):1529-35.
160. Nomoto R, Mishima A, Kobayashi K, McCabe J, Darvell B, Watts D, et al. Quantitative determination of radio-opacity: equivalence of digital and film X-ray systems. *Dental Materials*. 2008;24(1):141-7.
161. British Standards Institution (BSI) (2007) BS OHSAS 18001: Occupational Health and Safety Management Systems—Requirements. 2nd Edition BL, London.
162. Hench LL, J.K. . Biological applications of bioactive glasses. *Life Chemistry Reports*. 1996;13:187-241
163. Han L, Kodama S, Okiji T. Evaluation of calcium-releasing and apatite-forming abilities of fast-setting calcium silicate-based endodontic materials. *International Endodontic Journal*. 2015;48(2):124-30.
164. Brouwers H. Alkali concentrations of pore solution in hydrating OPC. *Cement and Concrete Research*. 2003;33(2):191-6.
165. Dorozhkin SV. Calcium orthophosphates. *Biomatter*. 2011;1(2):121-64.
166. Han L, Okiji T. Uptake of calcium and silicon released from calcium silicate-based endodontic materials into root canal dentine. *International Endodontic journal*. 2011;44(12):1081-7.
167. Leiendecker AP, Qi Y-P, Sawyer AN, Niu L-N, Agee KA, Loushine RJ, et al. Effects of calcium silicate-based materials on collagen matrix integrity of mineralized dentin. *Journal of Endodontics*. 2012;38(6):829-33.
168. Ryou H, Amin N, Ross A, Eidelman N, Wang D, Romberg E, et al. Contributions of microstructure and chemical composition to the mechanical properties of dentin. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. 2011;22(5):1127-35.
169. Gandolfi MG, Taddei P, Modena E, Siboni F, Prati C. Biointeractivity-related versus chemisorption-related apatite precursor-forming ability of current root end filling materials. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*. 2013;101(7):1107-23.
170. Al-Hezaimi K, Al-Shalan TA, Naghshbandi J, Oglesby S, Simon JH, Rotstein I. Antibacterial effect of two mineral trioxide aggregate (MTA) preparations against *Enterococcus faecalis* and *Streptococcus sanguis* in vitro. *Journal of Endodontics*. 2006;32(11):1053-6.
171. Stuart CH, Schwartz SA, Beeson TJ, Owatz CB. *Enterococcus faecalis*: its role in root canal treatment failure and current concepts in retreatment. *Journal of Endodontics*. 2006;32(2):93-8.
172. Candeiro GT, Correia FC, Duarte MA, Ribeiro-Siqueira DC, Gavini G. Evaluation of radiopacity, pH, release of calcium ions, and flow of a bioceramic root canal sealer. *Journal of Endodontics*. 2012;38(6):842-5.

173. Zhou H-m, Shen Y, Zheng W, Li L, Zheng Y-f, Haapasalo M. Physical properties of 5 root canal sealers. *Journal of Endodontics*. 2013;39(10):1281-6.
174. Poggio C, Dagna A, Ceci M, Meravini M-V, Colombo M, Pietrocola G. Solubility and pH of bioceramic root canal sealers: a comparative study. *Journal of Clinical and Experimental Dentistry*. 2017;9(10):e1189.
175. Lee JK, Kwak SW, Ha J-H, Lee W, Kim H-C. Physicochemical properties of epoxy resin-based and bioceramic-based root canal sealers. *Bioinorganic Chemistry and Applications*. 2017;2017.
176. Urban K, Neuhaus J, Donnermeyer D, Schäfer E, Dammaschke T. Solubility and pH value of 3 different root canal sealers: a long-term investigation. *Journal of Endodontics*. 2018;44(11):1736-40.
177. Gandolfi MG, Shah SN, Feng R, Prati C, Akintoye SO. Biomimetic calcium-silicate cements support differentiation of human orofacial mesenchymal stem cells. *Journal of Endodontics*. 2011;37(8):1102-8.
178. Koh ET, Torabinejad M, Pitt Ford TR, Brady K, McDonald F. Mineral trioxide aggregate stimulates a biological response in human osteoblasts. *Journal of Biomedical Materials Research*. 1997;37(3):432-9.
179. Thomson TS, Berry JE, Somerman MJ, Kirkwood KL. Cementoblasts Maintain Expression of Osteocalcin in the Presence of Mineral Trioxide Aggregate. *Journal of Endodontics*. 2003;29(6):407-12.
180. Camps J, Jeanneau C, El Ayachi I, Laurent P, About I. Bioactivity of a calcium silicate-based endodontic cement (BioRoot RCS): interactions with human periodontal ligament cells in vitro. *Journal of Endodontics*. 2015;41(9):1469-73.
181. Jeanneau C, Giraud T, Laurent P, About I. BioRoot RCS extracts modulate the early mechanisms of periodontal inflammation and regeneration. *Journal of Endodontics*. 2019;45(8):1016-23.
182. Rodríguez-Lozano F, Collado-González M, Tomás-Catalá C, García-Bernal D, López S, Oñate-Sánchez R, et al. GuttaFlow Bioseal promotes spontaneous differentiation of human periodontal ligament stem cells into cementoblast-like cells. *Dental Materials*. 2019;35(1):114-24.
183. Saleh IM, Ruyter IE, Haapasalo MP, Ørstavik D. Adhesion of endodontic sealers: scanning electron microscopy and energy dispersive spectroscopy. *Journal of Endodontics*. 2003;29(9):595-601.
184. Schwartz RS. Adhesive dentistry and endodontics. Part 2: bonding in the root canal system—the promise and the problems: a review. *Journal of Endodontics*. 2006;32(12):1125-34.
185. Hujuel PP. Levels of Clinical Significance. *Journal of Evidence Based Dental Practice*. 2004;4(1):32-6.
186. Silva EJNL, Canabarro A, Andrade MRT, Cavalcante DM, Von Stetten O, Fidalgo TKdS, et al. Dislodgment Resistance of Bioceramic and Epoxy Sealers: A Systematic Review and Meta-analysis. *Journal of Evidence Based Dental Practice*. 2019;19(3):221-35.
187. Nilles JL, Coletti Jr. JM, Wilson C. Biomechanical evaluation of bone-porous material interfaces. *Journal of Biomedical Materials Research*. 1973;7(2):231-51.
188. Roydhouse RH. Punch-shear test for dental purposes. *Journal of Dental Research*. 1970;49(1):131-6.

189. Boschian Pest L, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. *Dental Materials*. 2002;18(8):596-602.
190. Gesi A, Raffaelli O, Goracci C, Pashley DH, Tay FR, Ferrari M. Interfacial strength of Resilon and gutta-percha to intraradicular dentin. *Journal of Endodontics*. 2005;31(11):809-13.
191. Sousa-Neto M, Silva Coelho F, Marchesan M, Alfredo E, Silva-Sousa Y. Ex vivo study of the adhesion of an epoxy-based sealer to human dentine submitted to irradiation with Er: YAG and Nd: YAG lasers. *International Endodontic Journal*. 2005;38(12):866-70.
192. Huffman B, Mai S, Pinna L, Weller R, Primus C, Gutmann J, et al. Dislocation resistance of ProRoot Endo Sealer, a calcium silicate-based root canal sealer, from radicular dentine. *International Endodontic Journal*. 2009;42(1):34-46.
193. Williams C, Loushine RJ, Weller RN, Pashley DH, Tay FR. A comparison of cohesive strength and stiffness of Resilon and gutta-percha. *Journal of Endodontics*. 2006;32(6):553-5.
194. Neelakantan P, Subbarao C, Subbarao C, De-Deus G, Zehnder M. The impact of root dentine conditioning on sealing ability and push-out bond strength of an epoxy resin root canal sealer. *International Endodontic Journal*. 2011;44(6):491-8.
195. Pane ES, Palamara JE, Messer HH. Critical evaluation of the push-out test for root canal filling materials. *Journal of Endodontics*. 2013;39(5):669-73.
196. Sadek FT, Monticelli F, Goracci C, Tay FR, Cardoso PEC, Ferrari M. Bond strength performance of different resin composites used as core materials around fiber posts. *Dental Materials*. 2007;23(1):95-9.
197. Scelza MFZ, Coil JM, Maciel ACdC, Oliveira LRL, Scelza P. Comparative SEM evaluation of three solvents used in endodontic retreatment: an ex vivo study. *Journal of Applied Oral Science*. 2008;16(1):24-9.
198. Assmann E, Scarparo RK, Böttcher DE, Grecca FS. Dentin bond strength of two mineral trioxide aggregate-based and one epoxy resin-based sealers. *Journal of Endodontics*. 2012;38(2):219-21.
199. Tatsuta CT, Morgan LA, Baumgartner JC, Adey JD. Effect of calcium hydroxide and four irrigation regimens on instrumented and uninstrumented canal wall topography. *Journal of Endodontics*. 1999;25(2):93-8.
200. Wakabayashi H, Morita S, Koba K, Tachibana H, Matsumoto K. Effect of calcium hydroxide paste dressing on uninstrumented root canal wall. *Journal of Endodontics*. 1995;21(11):543-5.
201. Formosa L, Damidot D, Camilleri J. Mercury intrusion porosimetry and assessment of cement-dentin Interface of anti-washout-type Mineral Trioxide Aggregate. *Journal of Endodontics*. 2014;40(7):958-63.
202. Marending M, Bubenhofer S, Sener B, De-Deus G. Primary assessment of a self-adhesive gutta-percha material. *International endodontic journal*. 2013;46(4):317-22.
203. Soares F, Follak A, Da Rosa L, Montagner A, Lenzi T, Rocha R. Bovine tooth is a substitute for human tooth on bond strength studies: a systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *Dental Materials*. 2016;32(11):1385-93.
204. Silva EJNL, Carvalho NK, Prado MC, Senna PM, Souza EM, De-Deus G. Bovine teeth can reliably substitute human dentine in an intra-tooth push-out bond strength model? *International Endodontic Journal*. 2019;52(7):1063-9.

205. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidiaco MC, Mjör IA. Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. *American Journal of Dentistry*. 2000;13(5):255-60.
206. Ulusoy Öİ, Paltun YN, Güven N, Çelik B. Dislodgement resistance of calcium silicate-based materials from root canals with varying thickness of dentine. *International Endodontic Journal*. 2016;49(12):1188-93.
207. Pashley DH. Dentin: a dynamic substrate--a review. *Scanning Microscopy*. 1989;3(1):161-74; discussion 74.
208. Tedesco M, Felipe MCS, Felipe WT, Alves AMH, Bortoluzzi EA, Teixeira CS. Adhesive interface and bond strength of endodontic sealers to root canal dentine after immersion in phosphate-buffered saline. *Microscopy Research and Technique*. 2014;77(12):1015-22.
209. Fisher MA, Berzins DW, Bahcall JK. An in vitro comparison of bond strength of various obturation materials to root canal dentin using a push-out test design. *Journal of Endodontics*. 2007;33(7):856-8.
210. Eldeniz AU, Erdemir A, Belli S. Shear bond strength of three resin based sealers to dentin with and without the smear layer. *Journal of Endodontics*. 2005;31(4):293-6.
211. Shokouhinejad N, Gorjestani H, Nasseh AA, Hoseini A, Mohammadi M, Shamshiri AR. Push-out bond strength of gutta-percha with a new bioceramic sealer in the presence or absence of smear layer. *Australian Endodontic Journal*. 2013;39(3):102-6.
212. Neelakantan P, Nandagopal M, Shemesh H, Wesselink P. The effect of root dentin conditioning protocols on the push-out bond strength of three calcium silicate sealers. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 2015;60:104-8.
213. Lottanti S, Gautschi H, Sener B, Zehnder M. Effects of ethylenediaminetetraacetic, etidronic and peracetic acid irrigation on human root dentine and the smear layer. *International Endodontic Journal*. 2009;42(4):335-43.
214. Aggarwal V, Jain A, Kabi D. In vitro evaluation of effect of various endodontic solutions on selected physical properties of white mineral trioxide aggregate. *Australian Endodontic Journal*. 2011;37(2):61-4.
215. Yan P, Peng B, Fan B, Fan M, Bian Z. The effects of sodium hypochlorite (5.25%), Chlorhexidine (2%), and Glyde File Prep on the bond strength of MTA-dentin. *Journal of Endodontics*. 2006;32(1):58-60.
216. Yildirim T, Er K, Taşdemir T, Tahan E, Buruk K, Serper A. Effect of smear layer and root-end cavity thickness on apical sealing ability of MTA as a root-end filling material: a bacterial leakage study. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*. 2010;109(1):e67-e72.
217. Neelakantan P, Mohanraj R, Chua E, Belli S. Impact of conditioning regimens and time on adhesion of a fiber post to root dentin using two resin cements. *Journal of Adhesion Science and Technology*. 2015;29(4):337-46.
218. Nagas E, Uyanik MO, Eymirli A, Cehreli ZC, Vallittu PK, Lassila LV, et al. Dentin moisture conditions affect the adhesion of root canal sealers. *Journal of Endodontics*. 2012;38(2):240-4.
219. Ersahan S, Aydin C. Dislocation resistance of iRoot SP, a calcium silicate-based sealer, from radicular dentine. *Journal of Endodontics*. 2010;36(12):2000-2.
220. DeLong C, He J, Woodmansey KF. The effect of obturation technique on the push-out bond strength of calcium silicate sealers. *Journal of Endodontics*. 2015;41(3):385-8.

221. Viapiana R, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Camilleri J. Investigation of the effect of sealer use on the heat generated at the external root surface during root canal obturation using warm vertical compaction technique with System B heat source. *Journal of Endodontics*. 2014;40(4):555-61.
222. Carvalho N, Prado M, Senna P, Neves A, Souza E, Fidel S, et al. Do smear-layer removal agents affect the push-out bond strength of calcium silicate-based endodontic sealers? *International Endodontic Journal*. 2017;50(6):612-9.
223. De-Deus G, Paciornik S, Mauricio M. Evaluation of the effect of EDTA, EDTAC and citric acid on the microhardness of root dentine. *International Endodontic Journal*. 2006;39(5):401-7.
224. Silva EJNL, Carvalho NK, Prado MC, Zanon M, Senna PM, Souza EM, et al. Push-out Bond Strength of Injectable Pozzolan-based Root Canal Sealer. *Journal of Endodontics*. 2016;42(11):1656-9.
225. Yoo YJ, Baek SH, Kum KY, Shon WJ, Woo KM, Lee W. Dynamic intratubular biomineralization following root canal obturation with pozzolan-based mineral trioxide aggregate sealer cement. *Scanning*. 2016;38(1):50-6.
226. De-Deus G, Di Giorgi K, Fidel S, Fidel RAS, Paciornik S. Push-out Bond Strength of Resilon/Epiphany and Resilon/Epiphany Self-Etch to Root Dentin. *Journal of Endodontics*. 2009;35(7):1048-50.
227. Lee K-W, Williams MC, Camps JJ, Pashley DH. Adhesion of Endodontic Sealers to Dentin and Gutta-Percha. *Journal of Endodontics*. 2002;28(10):684-8.
228. Keleş A, Alcin H, Kamalak A, Versiani MA. Micro-CT evaluation of root filling quality in oval-shaped canals. *International Endodontic Journal*. 2014;47(12):1177-84.
229. Kim JA, Hwang YC, Rosa V, Yu MK, Lee KW, Min KS. Root Canal Filling Quality of a Premixed Calcium Silicate Endodontic Sealer Applied Using Gutta-percha Cone-mediated Ultrasonic Activation. *Journal of Endodontics*. 2018;44(1):133-8.
230. Somma F, Cretella G, Carotenuto M, Pecci R, Bedini R, De Biasi M, et al. Quality of thermo-plasticized and single point root fillings assessed by micro-computed tomography. *International Endodontic journal*. 2011;44(4):362-9.
231. Waltimo T, Trope M, Haapasalo M, Ørstavik D. Clinical efficacy of treatment procedures in endodontic infection control and one year follow-up of periapical healing. *Journal of Endodontics*. 2005;31(12):863-6.
232. Torres FFE, Guerreiro-Tanomaru JM, Bosso-Martelo R, Chavez-Andrade GM, Tanomaru Filho M. Solubility, porosity and fluid uptake of calcium silicate-based cements. *Journal of Applied Oral Science : revista FOB*. 2018;26:e20170465.
233. Donnermeyer D, Bürklein S, Dammaschke T, Schäfer E. Endodontic sealers based on calcium silicates: a systematic review. *Odontology*. 2019;107(4):421-36.
234. Siboni F, Taddei P, Zamparini F, Prati C, Gandolfi MG. Properties of BioRoot RCS, a tricalcium silicate endodontic sealer modified with povidone and polycarboxylate. *International Endodontic Journal*. 2017;50 Suppl 2:e120-e36.
235. Hammad M, Qualtrough A, Silikas N. Evaluation of root canal obturation: a three-dimensional in vitro study. *Journal of Endodontics*. 2009;35(4):541-4.
236. Prüllage RK, Urban K, Schäfer E, Dammaschke T. Material Properties of a Tricalcium Silicate-containing, a Mineral Trioxide Aggregate-containing, and an Epoxy Resin-based Root Canal Sealer. *Journal of Endodontics*. 2016;42(12):1784-8.

237. Gandolfi M, Parrilli A, Fini M, Prati C, Dummer PMH. 3 D micro-CT analysis of the interface voids associated with T hermafil root fillings used with AH Plus or a flowable MTA sealer. *International Endodontic Journal*. 2013;46(3):253-63.
238. Tay FR, Pashley DH, Rueggeberg FA, Loushine RJ, Weller RN. Calcium phosphate phase transformation produced by the interaction of the portland cement component of white mineral trioxide aggregate with a phosphate-containing fluid. *Journal of Endodontics*. 2007;33(11):1347-51.
239. Saunders W. *Phillips' Science of Dental Materials*. 2003(11th ed.): Philadelphia, PA.
240. International Organization for Standardization. *Dentistry polymer-based filling, restorative and luting materials*: ISO 4049. 2000.
241. Lassila LV, Tanner J, Le Bell AM, Narva K, Vallittu PK. Flexural properties of fiber reinforced root canal posts. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2004;20(1):29-36.
242. Mannocci F, Sherriff M, Watson TF. Three-point bending test of fiber posts. *Journal of Endodontics*. 2001;27(12):758-61.
243. Salerno M, Derchi G, Thorat S, Ceseracciu L, Ruffilli R, Barone AC. Surface morphology and mechanical properties of new-generation flowable resin composites for dental restoration. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011;27(12):1221-8.
244. Savić-Stanković T. Ispitivanje trikalcijum silikatnog cementa (Biodentin) u funkciji dentinskog zamenika ispod kompozitnih ispuna na bočnim zubima. *Doktorska disertacija*. 2014: Univerzitet u Beogradu.
245. Dunne N, Orr J, Mushipe M, Eveleigh R. The relationship between porosity and fatigue characteristics of bone cements. *Biomaterials*. 2003;24(2):239-45.
246. Akbari M, Zebarjad SM, Nategh B, Rouhani A. Effect of nano silica on setting time and physical properties of mineral trioxide aggregate. *Journal of Endodontics*. 2013;39(11):1448-51.
247. Borges RP, Sousa-Neto MD, Versiani MA, Rached-Júnior FA, De-Deus G, Miranda CE, et al. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. *International Endodontic Journal*. 2012;45(5):419-28.
248. Rakocevic Z. *Osnovi radiologije dento-maksilofacijalne regije*. Stomatološki fakultet Univerziteta u Beogradu. 1998:15-8.
249. Tanomaru-Filho M, Torres FFE, Chávez-Andrade GM, de Almeida M, Navarro LG, Steier L, et al. Physicochemical Properties and Volumetric Change of Silicone/Bioactive Glass and Calcium Silicate-based Endodontic Sealers. *Journal of Endodontics*. 2017;43(12):2097-101.
250. Akcay I, Ilhan B, Dundar N. Comparison of conventional and digital radiography systems with regard to radiopacity of root canal filling materials. *International Endodontic Journal*. 2012;45(8):730-6.
251. Baksi BG, Sen BH, Eyuboglu TF. Differences in aluminum equivalent values of endodontic sealers: conventional versus digital radiography. *Journal of Endodontics*. 2008;34(9):1101-4.
252. Versiani MA, Abi Rached-Junior FJ, Kishen A, Pécora JD, Silva-Sousa YT, de Sousa-Neto MD. Zinc Oxide Nanoparticles Enhance Physicochemical Characteristics of Grossman Sealer. *Journal of Endodontics*. 2016;42(12):1804-10.

253. Brooks SL, Miles DA. Advances in diagnostic imaging in dentistry. *Dental Clinics of North America*. 1993;37(1):91-111.
254. Rasimick BJ, Shah RP, Musikant BL, Deutsch AS. Radiopacity of endodontic materials on film and a digital sensor. *Journal of Endodontics*. 2007;33(9):1098-101.
255. Ochoa-Rodríguez VM, Tanomaru-Filho M. Addition of zirconium oxide to Biodentine increases radiopacity and does not alter its physicochemical and biological properties. 2019;27:e20180429.
256. Sabbagh J, Vreven J, Leloup G. Radiopacity of resin-based materials measured in film radiographs and storage phosphor plate (Digora). *Operative Dentistry*. 2004;29(6):677-84.
257. Chen SK HL, Omnell KA. A descriptive study of the radiographic density of implant restorative cements. *Dentomaxillofacial Radiology*. 1997;26:63-6.
258. Gandolfi MG, Ciapetti G, Perut F, Taddei P, Modena E, Rossi PL, et al. Biomimetic calcium-silicate cements aged in simulated body solutions. Osteoblast response and analyses of apatite coating. *Journal of Applied Biomaterials and Biomechanics*. 2009;7(3):160-70.
259. Sarkar D, Swain SK, Adhikari S, Reddy BS, Maiti HS. Synthesis, mechanical properties and bio-activity of nanostructured zirconia. *Materials Science and Engineering: C*. 2013;33(6):3413-7.
260. https://www.dentsplysirona.com/content/dam/dentsply/pim/manufacture/Endodontics/Obturation_Materials_and_Instruments/Sealers/AH_Plus___AH_Plus_Jet/AH-Plus-akx2gja-scientific-en-1402.
261. Schröder U. Effects of calcium hydroxide-containing pulp-capping agents on pulp cell migration, proliferation, and differentiation. *Journal of Dental Research*. 1985;64 Spec No:541-8.
262. McHugh CP, Zhang P, Michalek S, Eleazer PD. pH required to kill *Enterococcus faecalis* in vitro. *Journal of Endodontics*. 2004;30(4):218-9.
263. Siqueira JF, Jr., Lopes HP. Mechanisms of antimicrobial activity of calcium hydroxide: a critical review. *International Endodontic Journal*. 1999;32(5):361-9.
264. Gandolfi MG, Siboni F, Botero T, Bossù M, Riccitiello F, Prati C. Calcium silicate and calcium hydroxide materials for pulp capping: biointeractivity, porosity, solubility and bioactivity of current formulations. *Journal of Applied Biomaterials & Functional Materials*. 2015;13(1):43-60.
265. Zamparini F, Siboni F, Prati C, Taddei P, Gandolfi MG. Properties of calcium silicate-monobasic calcium phosphate materials for endodontics containing tantalum pentoxide and zirconium oxide. *Clinical Oral Investigations*. 2019;23(1):445-57.
266. Kebudi Benezra M, Schembri Wismayer P, Camilleri J. Influence of environment on testing of hydraulic sealers. *Scientific Reports*. 2017;7(1):17927.
267. Gandolfi MG, Taddei P, Siboni F, Modena E, Ciapetti G, Prati C. Development of the foremost light-curable calcium-silicate MTA cement as root-end in oral surgery. Chemical-physical properties, bioactivity and biological behavior. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011;27(7):e134-57.
268. Yamamoto S, Han L, Noiri Y, Okiji T. Evaluation of the Ca ion release, pH and surface apatite formation of a prototype tricalcium silicate cement. *International Endodontic Journal*. 2017;50 Suppl 2:e73-e82.
269. Camilleri J. Hydration characteristics of Biodentine and Theracal used as pulp capping materials. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2014;30(7):709-15.
270. Shokouhinejad N, Sabeti M, Gorjestani H, Saghiri MA, Lotfi M, Hoseini A. Penetration of Epiphany, Epiphany self-etch, and AH Plus into dentinal tubules: a scanning electron microscopy study. *Journal of Endodontics*. 2011;37(9):1316-9.

271. Vilanova WV, Carvalho-Junior JR, Alfredo E, Sousa-Neto MD, Silva-Sousa YT. Effect of intracanal irrigants on the bond strength of epoxy resin-based and methacrylate resin-based sealers to root canal walls. *International Endodontic Journal*. 2012;45(1):42-8.
272. El-Ma'aita AM, Qualtrough AJ, Watts DC. The effect of smear layer on the push-out bond strength of root canal calcium silicate cements. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2013;29(7):797-803.
273. Gonçalves L, Silva-Sousa YT, Raucci Neto W, Teixeira CS, Sousa-Neto MD, Alfredo E. Effect of different irrigation protocols on the radicular dentin interface and bond strength with a metacrylate-based endodontic sealer. *Microscopic Research Technique*. 2014;77(6):446-52.
274. Jongsma LA, Bolhuis PB, Pallav P, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Benefits of a two-step cementation procedure for prefabricated fiber posts. *The journal of Adhesive Dentistry*. 2010;12(1):55-62.
275. Zehnder M. Root canal irrigants. *Journal of Endodontics*. 2006;32(5):389-98.
276. Smith JB, Loushine RJ, Weller RN, Rueggeberg FA, Whitford GM, Pashley DH, et al. Metrologic evaluation of the surface of white MTA after the use of two endodontic irrigants. *Journal of Endodontics*. 2007;33(4):463-7.
277. Flores DS, Rached FJ, Jr., Versiani MA, Guedes DF, Sousa-Neto MD, Pécora JD. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. *International Endodontic Journal*. 2011;44(2):126-35.
278. Amin SA, Seyam RS, El-Samman MA. The effect of prior calcium hydroxide intracanal placement on the bond strength of two calcium silicate-based and an epoxy resin-based endodontic sealer. *Journal of Endodontics*. 2012;38(5):696-9.
279. Lee KW, Williams MC, Camps JJ, Pashley DH. Adhesion of endodontic sealers to dentin and gutta-percha. *Journal of Endodontics*. 2002;28(10):684-8.
280. Nunes VH, Silva RG, Alfredo E, Sousa-Neto MD, Silva-Sousa YT. Adhesion of Epiphany and AH Plus sealers to human root dentin treated with different solutions. *Brazilian Dental Journal*. 2008;19(1):46-50.
281. Roberts HW, Toth JM, Berzins DW, Charlton DG. Mineral trioxide aggregate material use in endodontic treatment: a review of the literature. *Dental Materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(2):149-64.
282. Silva EJ, Rosa TP, Herrera DR, Jacinto RC, Gomes BP, Zaia AA. Evaluation of cytotoxicity and physicochemical properties of calcium silicate-based endodontic sealer MTA Fillapex. *Journal of Endodontics*. 2013;39(2):274-7.
283. Silva E, Canabarro A, Andrade M, Cavalcante DM, Von Stetten O, Fidalgo T, et al. Dislodgment Resistance of Bioceramic and Epoxy Sealers: A Systematic Review and Meta-analysis. *The journal of evidence-based dental practice*. 2019;19(3):221-35.
284. Tuncel B, Nagas E, Cehreli Z, Uyanik O, Vallittu P, Lassila L. Effect of endodontic chelating solutions on the bond strength of endodontic sealers. *Brazilian Oral Research*. 2015;29.
285. Gandolfi MG, Taddei P, Tinti A, Prati C. Apatite-forming ability (bioactivity) of ProRoot MTA. *International Endodontic Journal*. 2010;43(10):917-29.
286. Barbizam JV, Trope M, Tanomaru-Filho M, Teixeira EC, Teixeira FB. Bond strength of different endodontic sealers to dentin: push-out test. *Journal of Applied Oral Science : revista FOB*. 2011;19(6):644-7.

BIOGRAFIJA

Dr Ivana Milanović je diplomirala na Stomatološkom fakultetu Univerziteta u Beogradu 2003. godine. Specijalistički ispit iz oblasti Bolesti zuba i endodoncije položila je 2010. godine.

Od 2004. godine zaposlena je na Klinici za bolesti zuba Stomatološkog fakulteta Univerziteta u Beogradu u zvanju asistent pripravnik. U zvanje asistenta je reizabrana decembra 2017. godine.

Dr Ivana Milanović učestvuje u izvođenju nastave na predmetima Bolesti zuba - pretklinika, Restaurativna odontologija, Pretklinička endodoncija i Endodoncija, kao i u edukaciji doktora stomatologije na obaveznom lekarskom stažu i specijalizaciji iz oblasti Bolesti zuba i endodoncije. Aktivno učestvuje u edukativnom, naučno-istraživačkom radu, izvođenju praktične nastave sa studentima osnovnih, postdiplomskih i specijalističkih studija.

Dr Ivana Milanović do sada je objavila 2 rada u časopisima sa SCI liste, a od toga 1 rad u vrhunskom međunarodnom časopisu (M21) iz oblasti vezane zatemu doktorske disertacije i 1 rad u časopisu međunarodnog značaja (M23). U naučnom časopisu nacionalnog značaja (M52) objavila je jedan rad. Saopštila je 16 radova na međunarodnim skupovima (M34). Održala je 3 predavanja na akreditovanim skupovima. Koautor je poglavlja u praktikumu Endodontska terapija mladih stalnih zuba. Učestvovala je kao prevodilac i redaktor 2 poglavlja u srpskom izdanju knjige Endodontologija, autora Bergenholtz G. i saradnika, zvaničnom udžbeniku Stomatološkog fakulteta u Beogradu za redovnu i poslediplomsku nastavu iz oblasti endodoncije. Kontinuirano se usavršavala na kursovima u inostranstvu iz oblasti endodoncije i restaurativne stomatologije.

Član je istraživačke grupe DentalNet. Član je Evropskog udruženja endodontologa (ESE), Balkanskog udruženja stomatologa (BASS), Udruženja endodontista Srbije i Sekcije za bolesti usta i zuba i Endodontske sekcije SLD.

Изјава о ауторству

Име и презиме аутора Ивана Милановић

Број индекса 2010/4018

Изјављујем

да је докторска дисертација под насловом

ФИЗИЧКО-ХЕМИЈСКА СВОЈСТВА И КВАЛИТЕТ ВЕЗЕ СА

ДЕНТИНОМ КАЛЦИЈУМ СИЛИКАТНИХ ПАСТА ЗА ПУЊЕЊЕ КАНАЛА КОРЕНА

- резултат сопственог истраживачког рада;
- да дисертација у целини ни у деловима није била предложена за стицање друге дипломе према студијским програмима других високошколских установа;
- да су резултати коректно наведени и
- да нисам кршио/ла ауторска права и користио/ла интелектуалну својину других лица.

Потпис аутора

У Београду, _____

Ивана Милановић

Изјава о истоветности штампане и електронске верзије докторског рада

Име и презиме аутора Ивана Милановић

Број индекса 2010/4018

Студијски програм _____

ФИЗИЧКО-ХЕМИЈСКА СВОЈСТВА И КВАЛИТЕТ ВЕЗЕ СА

Наслов рада ДЕНТИНОМ КАЛЦИЈУМ СИЛИКАТНИХ ПАСТА ЗА ПУНЈЕЊЕ КАНАЛА КОРЕНА

Ментор Проф. др Виолета Петровић

Изјављујем да је штампана верзија мог докторског рада истоветна електронској верзији коју сам предао/ла ради похрањивања у **Дигиталном репозиторијуму Универзитета у Београду**.

Дозвољавам да се објаве моји лични подаци везани за добијање академског назива доктора наука, као што су име и презиме, година и место рођења и датум одбране рада.

Ови лични подаци могу се објавити на мрежним страницама дигиталне библиотеке, у електронском каталогу и у публикацијама Универзитета у Београду.

Потпис аутора

У Београду, _____



Изјава о коришћењу

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

ФИЗИЧКО-ХЕМИЈСКА СВОЈСТВА И КВАЛИТЕТ ВЕЗЕ СА

ДЕНТИНОМ КАЛЦИЈУМ СИЛИКАТНИХ ПАСТА ЗА ПУНЈЕНЈЕ КАНАЛА КОРЕНА

која је моје ауторско дело.

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

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

1. Ауторство (CC BY)
2. Ауторство – некомерцијално (CC BY-NC)
3. Ауторство – некомерцијално – без прерада (CC BY-NC-ND)
4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима (CC BY-NC-SA)
5. Ауторство – без прерада (CC BY-ND)
6. Ауторство – делити под истим условима (CC BY-SA)

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци.
Кратак опис лиценци је саставни део ове изјаве).

Потпис аутора

У Београду, _____