

ONDERZOEK

IMPERMEABILITEIT VAN FISSUURLAKKEN VOOR Ca^{++} - EN F^{-} -IONEN

C. S. E. VAN DER LAAN-VAN DORP
 J. M. TEN CATE
 P. P. E. DUIJSTERS
 C. L. DAVIDSON

*Uit de vakgroep Tandheelkundige
 Materiaalwetenschappen
 van de Universiteit van Amsterdam.
 Voorzitter: Prof. Dr. C. L. Davidson.*

Trefwoorden: Materiaalkunde – Fissuurlak – Impermeabiliteit

Inleiding

In het kader van cariëspreventie zijn kunststoflakken ontwikkeld, die als doel hebben de fissuren van gebitselementen ontoegankelijk te maken voor externe invloeden, zodat cariës niet kan ontstaan (floreren) (Theilade c.s., 1977). Om een dergelijke barricade te bereiken, moeten deze zogenaamde fissuurlakken of sealants aan een aantal voorwaarden voldoen. Een goede chemische of mechanische hechting tussen lak en glazuur, die bovendien langdurig in de mond standhoudt, lijkt de belangrijkste voorwaarde te zijn. Hierover zijn ruimschoots gegevens in de literatuur te vinden (Buonocore c.s., 1974).

De fissuurlakken die momenteel in de handel verkrijgbaar zijn voldoen ook min of meer aan deze eis.

Daarnaast echter moet de permeabiliteit van fissuurlakken zo gering zijn dat ook op microschaal van een barricade sprake is. Ook in die gevallen waar de fissuurlak door abrasie tot een uiterst dunne film is afgesleten zal deze eigenschap nog moeten gelden.

Over permeabiliteit van fissuurlakken zijn slechts weinig gegevens in de literatuur te vinden. In onderzoek van Williams en Von Fraunhofer (1980 a, 1980 b) kwam naar voren dat fissuurlakken op basis van Bis GMA poreus, en daarom doorlaatbaar, zijn. De met rasterelektronenmicroscopie (SEM) waargenomen poriën bleken echter na immersie in een ionen-bevattende oplossing dicht te slibben. In een deel van het onderzoek werden stukjes fissuurlak in een elektrolietoplossing gehangen. Uit de afname van de ionconcentratie in de oplossing werd geconclu-

deerd dat intacte fissuurlakken permeabel zouden zijn voor Ca^{++} -ionen, waarbij het ionentransport voornamelijk zou lopen via, volgens SEM-waarneming, willekeurig verdeelde microporiën. Deze microporiën hadden een doorsnede van 50-100 μ . Voorts doet, volgens Barker en Sharbough (1965), wateropname in polymeren de diffusie van ionen toenemen. Hydrofobe polymeren zouden dit laatste effect in mindere mate moeten vertonen (Breakspere c.s., 1977).

De hoeveelheid gediffundeerde ionen is volgens Williams c.s. (1980) en Breakspere c.s. (1977) tevens afhankelijk van de laagdikte van de fissuurlak. In vivo-resultaten uit klinisch onderzoek van Metz-Fairhurst c.s. (1979), beantwoordden echter niet aan het, op basis van vermeende permeabiliteit, aangenomen verwachtingspatroon.

In dit onderzoek werden carieuze laesies afgesloten door middel van een fissuurlak. Bij beoordeling van het dentine op de bodem van de laesies na vastgestelde tijd, bleek, in tegenstelling tot het dentine op de bodem van de controlelaesies, het dentine niet verder te zijn aangetast door cariës, en vertoonde het carieuze dentine onder de laklaag een droog en verhard aanzien.

De geschetste discrepantie in de literatuur was de aanleiding voor dit onderzoek, waarin de permeabiliteit voor Ca^{++} - en F^{-} -ionen van diverse commercieel verkrijgbare fissuurlakken werd gemeten in zogenaamde diffusiecellen. In een opstelling werd ernaar gestreefd de porositeiten, in de voor deze proef vervaardigde fissuurlakmembraantjes, in aantal en grootte, tot

Samenvatting:

Dit onderzoek had tot doel de doorlaatbaarheid te testen van diverse kunsthars fissuurlakken, welke in de preventie van tandcariës worden toegepast.

De materialen die in deze opzet werden onderzocht zijn Delton® (Johnson and Johnson), White Sealant® (3M), Nuva-Cote® (Caulk).

Om iontransport door deze fissuurlakken te kunnen meten, werden oplossingen vervaardigd met F^{-} -respectievelijk Ca^{++} -ionen, waarvan de concentraties vielen binnen de grenzen zoals die onder klinische omstandigheden voorkomen.

Van de fissuurlakken werden membranen met een dikte van 75 μ vervaardigd. Er was vaardigheid vereist om insluiting van luchtbellens, die tot microporositeit in de fissuurlak leidden, te voorkomen.

De membranen werden met behulp van een stereomicroscop op insluiting van luchtbellens geselecteerd. De wijze van applicatie, met behulp van een capillair-systeem zoals geleverd bij Delton, bleek een bevredigende verwerkingsmethode, waarmee luchtbelinsluiting kon worden gereduceerd.

Uit de resultaten van dit onderzoek kan worden geconcludeerd dat de doorlaatbaarheid van de onderzochte materialen voor Ca^{++} -en F^{-} -ionen verwaarloosbaar klein is.

een minimum te reduceren. De membraantjes werden geselecteerd op basis van microscopische controle.

Materiaal en methode

In dit onderzoek werd gebruik gemaakt van fissuurlakken met de volgende kenmerken:

- chemisch hardend zonder vulstof – Delton® (Johnson and Johnson, U.S.A.);
- chemisch hardend met vulstof – White Sealant (3M Company, U.S.A.);
- UV-hardend zonder vulstof – Nuva-Cote® (Caulk, U.S.A.).

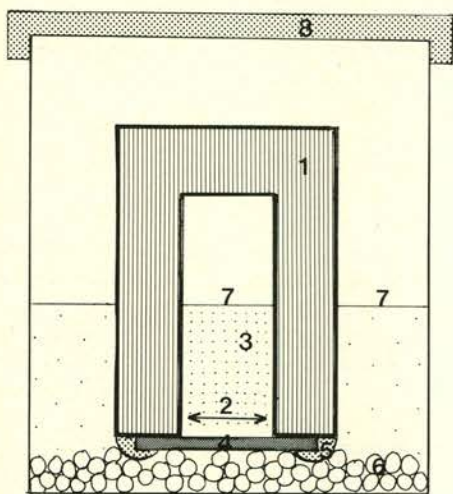
Van deze lakken werden schijfjes vervaardigd met een dikte van circa 75 μ . Deze werden met behulp van de microscoop gecontroleerd op ingesloten luchtbellens.

Om te kunnen meten of de lakken mogelijk permeabel zijn voor Ca^{++} - en F^{-} -ionen, werden oplossingen vervaardigd met:

- 20 mM Ca^{++} , respectievelijk 2 mM Ca^{++} (uit $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ en gedestilleerd water) en

– 800 ppm F^- , respectievelijk 80 ppm F^- (uit KF en gedestilleerd water).

De motivering voor de keuze van de oplossingen is de volgende: Calcium, fosfaat en fluoride dragen bij om pas geïrriteerd glazuur te matureren en minder cariësgevoelig te maken. Deze grenzen zijn zo gekozen dat concentraties, die onder klinische omstandigheden voorkomen, hier binnen vallen. Dit geldt tevens tijdens een lokale F^- -applicatie.



Afb. 1. Schematische weergave van de opstelling voor het meten van ion-permeabiliteit:

1. compartimenten vervaardigd in Perspex;
2. opening compartiment \varnothing 5 mm;
3. oplossing met Ca^{++} - en F^- -ionen;
4. schijfje fissuurlak (dikte circa 75 μ);
5. plakmiddel Vertex;
6. 2 ml gedestilleerd water met glaspareltjes;
7. de vloeistofspiegels in beide compartimenten staan op gelijke hoogte;
8. luchtdichte afsluiting.

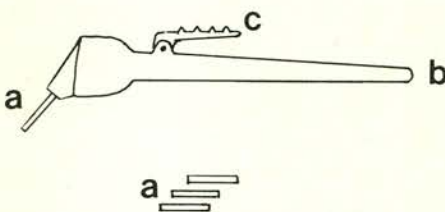
Compartimenten (cellen) vervaardigd in Perspex[®] (1) met een opening van \varnothing 5 mm (2) werden in afzonderlijke series gevuld met 0,2 ml van de genoemde oplossingen (3) en afgedicht met een schijfje fissuurlak (dikte circa 75 μ) (4) dat werd vastgeplakt door middel van koud-polymeriserende kunstharz (Vertex[®]) (5). Deze cellen werden geplaatst in een flesje met 2 ml gedestilleerd water en glaspareltjes (6), zodanig dat de vloeistofspiegels (7) in beide compartimenten op gelijke hoogte stonden. De flesjes werden luchtdicht afgesloten (8) en bij kamertemperatuur bewaard. (Zie afb. 1.) In eerste instantie werd het experiment bij kamertemperatuur uitgevoerd, dit ter voorkoming van een eventueel drukverschil tussen het inwendige van de cel en het flesje. Hierdoor zou namelijk het membraan kunnen lek raken, maar zou ook, ten onrechte, de permeabiliteit worden geforceerd. Door de flesjes met cellen zeer geleidelijk af te laten koelen, en de luchtkamer in de cellen aanzienlijk te vergroten kon in

een later stadium van het onderzoek dit probleem worden voorkomen. Vervolgens werd het gehele experiment voor Delton bij 37 °C herhaald.

Van de diverse geselecteerde merken, waarvan op basis van de fabricagedatum en het bewaren bij 4 °C aangenomen kon worden dat de houdbaarheidsdatum niet was verstreken, werden als volgt schijfjes (membraantjes) vervaardigd: het materiaal werd gemengd dan wel belicht gedurende de tijd en volgens de methode als aangegeven in de bijsluiting.

De mengmethode als aangegeven voor White Sealant veroorzaakte echter grove porositeiten ten gevolge van insluiting van luchtballen. Ook de methode van opbrengen was moeilijk luchtbelvrij uitvoerbaar. Dit gold eveneens voor de opbrengmethode van Nuva-Cote, waarbij de kunstharz uit een tubetje moest worden geknepen, hetgeen aanzuiging van lucht onvermijdelijk maakte.

Door de lak via een capillair op te brengen was het insluiten van luchtballen het eenvoudigst te vermijden. Een goed bruikbaar pipetsysteem werd bijgeleverd bij Delton (schematisch weergegeven in afbeelding 2).



Afb. 2. Schematische weergave van het pipetsysteem volgens Delton op halve grootte:

- a plastic wegwerppipetjes;
- b pipethouder;
- c spanveer waarmee de vers aangemengde fissuurlak kan worden aangezogen in de pipet.

Nadat de schijfjes waren gemaakt werden ze droog en bij kamertemperatuur bewaard. Tussen vervaardiging van de schijfjes en het diffusie-experiment lag een tijdsverschil van 3 tot 10 dagen. De schijfjes voor het tweede experiment met Delton werden echter gedurende 1 week in gedestilleerd water en bij 37 °C bewaard.

Experimenteel werd vastgesteld dat schijfjes met een dikte van 75 μ een representatieve permeabiliteit voor Ca^{++} en F^- vertonen. Voordat de schijfjes sluitend op de cel konden worden bevestigd, werden diverse plakmiddelen uitgetest. Een bevredigende hechting aan zowel Perspex[®] als het testmembraan werd verkregen door middel van Vertex[®]. Naar alle waarschijnlijkheid is hierbij sprake van een hechte chemische binding, omdat alle drie materialen van het acrylaat-kunststof type zijn.

Voor iedere fissuurlak en de twee verschillende ion-soorten werd het experiment in acht- tot tienvoud uitgevoerd.

De meting van doorgelaten Ca^{++} - en F^- -ionen verliep als volgt:

Voor F^- -gehaltemetingen werd uit de respectieve flesjes 1 ml gepipetteerd, waarvan met een ionen-selectieve elektrode de F^- -ionenconcentratie werd gemeten.

Voor Ca^{++} -ionenconcentratiemetingen werd aan 0,1 ml gepipetteerde vloeistof door middel van atomaire absorptie-spectrofotometrie het Ca^{++} -ionengehalte bepaald.

De oplossingen in de flesjes werden weer tot de oorspronkelijke 2 ml bijgevuld met gedestilleerd water en luchtdicht weggezet.

De beschreven bepaling van het calcium- en fluoridegehalte werd ook uitgevoerd voor een controlegroep. Deze bevatte identieke Perspex-diffusiecellen met fissuurlakmembraantjes, welke gevuld waren met gedestilleerd water, in plaats van de elektrolytoplossingen. De respectieve ionenconcentraties werden na 3 weken en na 7 à 8 weken bepaald.

Resultaten

Bij bestudering van de resultaten vielen de gevonden waarden uiteen in twee groepen. Enerzijds, in ongeveer 10% van de gevallen, werden zeer hoge concentraties waargenomen (indicatief voor veel ionentransport). Dit werd waarschijnlijk veroorzaakt door een lek ontstaan bij het opplakken van de membraantjes, maar kan, hoewel minder waarschijnlijk, ook het gevolg zijn van grote porositeiten in de fissuurlakschijfjes. De tweede groep waarnemingen omvatte meestal lage concentraties, die slechts in enkele gevallen significant afweken van de controlegroep.

De resultaten van de bepaling van de calcium-ion-permeabiliteit gaf slechts in één geval een significante toename te zien. Dit betrof de Nuva-Cote-membranen, in de hoge concentratiegroep.

De concentratietoename na 8 weken bedroeg 0,22 (\pm 0,05) mM; dit correspondeert met 10% van de waarde die bij volledig ionevenwicht van de oplossing binnen en buiten de diffusiecel zou gelden.

Voor White Sealant en Delton (bij 25 ° en bij 37 °C) kon geen permeabiliteit worden aangetoond die significant verschilde van de controlegroep.

De doorlaatbaarheid voor F^- -ionen toonde voor de verschillende fissuurlakken een ander beeld. Voor de hoge concentratiegroep werd na 3 weken een significante toename gemeten voor White Sealant (0,36 \pm 0,10 ppm) en Delton (bij 37 °C 0,30 \pm 0,06 ppm). Beide waarden liggen zeer ver verwijderd van de evenwichtswaarden die

bij volledig poreus zijn van het membraan zou zijn bereikt, namelijk 80 ppm. Noch voor de bepaling na 8 weken, noch voor de lage concentratiegroep kon een significante toename worden aangetoond.

Geïntregeerd door de geringe permeabiliteit van de diverse lakken voor F^- -ionen in de loop van de tijd en op basis van het literatuurgegeven dat fissuurlakken ionen opnemen (Williams en Von Fraunhofer, 1980 a), werd gepoogd te meten of de fissuurlak zelf F^- -ionen opnam. Hierbij werd als volgt te werk gegaan.

Enige schijfjes werden voorzichtig van de cellen losgeboord en gedurende 60 seconden krachtig met gedestilleerd water gespoeld. De aldus verkregen stukjes lak werden in afzonderlijke flesjes met 1 ml gedestilleerd water gedurende twee weken bij 50 °C bewaard, waarna de F^- -ionenconcentratie werd gemeten. Deze was voor alle gemeten schijfjes verhoogd ten opzichte van de uitgangsoptelling (H_2O); de meetwaarden lagen ongeveer 50% boven die van de oplossingen in de flesjes waar de cellen met bedoelde schijfjes gedurende het permeabiliteitsexperiment in stonden, en waarbij sprake was van een significante aanwezigheid van F^- -ionen.

Discussie

Uit de resultaten kan worden geconcludeerd dat de permeabiliteit voor zover aantoonbaar, zeer gering is. Wel bleek dat fissuurlakken een affiniteit voor F^- -ionen bezitten. De conclusie van Williams en Von Fraunhofer (1980) dat fissuurlakken doorlatend zijn, op basis van hun experimentele opzet, moet dan ook veeleer hieraan worden toegeschreven.

Uit dit onderzoek bleek dat de zeer kleine Ca^{++} - en F^- -ionen nauwelijks door een zeer dunne laag fissuurlak kunnen heendringen. Het is dus te verwachten dat demineralisatie als gevolg van externe invloeden, in de vorm van suiker- en zuurmoleculen, met behulp van sealants kan worden voorkomen. Mits een fissuurlak goed wordt aangebracht, lijkt het wat betreft de doorlaatbaarheid te voldoen aan het preventieve doel. Duidelijk wordt echter ook dat de mate van permeabiliteit voor Ca^{++} -ionen zo klein is, dat indien nog niet geheel gematureerd glazuur vlak na doorbraak wordt gelakt de nog noodzakelijke maturatie en fluorideinbouw niet vanuit het mondmilieu zal plaatsvinden.

Uit voorlopige in vivo-experimenten zijn resultaten verzameld die er echter op wijzen dat de Ca^{++} -ionen die in het glazuur aanwezig zijn, dermate mobiel zijn dat defecten aan de prismata ten gevolge van aantasting door cariës, ook van binnen uit kunnen regenereren.

Conclusie

Teneinde de optimale hechting van sealants aan het glazuur in vivo te realiseren is grote vaardigheid vereist om dit vooral vochtvrij te doen plaatsvinden. Het vereist echter ook vaardigheid om de lak aan te brengen zonder insluiting van luchtbellens. Met betrekking tot dit laatste aspect bleek van de vergeleken materialen Delton het beste te hanteren en inderdaad zonder porositeiten aan te brengen.

Een U.V.-hardend systeem zoals Nuva-Cote behoeft geen mengprocedure, zodat luchtinsluiting vermeden kan worden. Het is opmerkelijk dat dit voordeel door een ongelukkige verpakking teniet wordt gedaan.

Als men alleen op de ondoorlaatbaarheid van de lak let en de mengprocedure en wijze van appliceren buiten beschouwing laat, kan voor geen der onderzochte merken een bepaalde voorkeur worden uitgesproken.

Het verwerken van fissuurlakken is echter kritisch en naar onze mening levert slechts de fabrikant van Delton een bevredigend instrumentarium bij waarmee de lak met een minimum aan porositeit verwerkt kan worden. Pas als een fissuurlak aangebracht is met niet voor het oog waarneembare porositeiten, kan men stellen dat de laag ook op langere termijn ondoorlaatbaar is.

De schrijvers willen op deze plaats Mw. Monica Legdeur bedanken voor het verzorgde type-werk bij de totstandkoming van het manuscript.

Summary:

Title: Impermeability of fissure sealants for Ca^{++} and F^- ions.

The aim of this study was to measure the permeability of fissure sealants used in caries prevention for ions which contribute to (re-)mineralization of tooth enamel.

The tested materials were Delton® (Johnson and Johnson), White Sealant (3M) and Nuva-Cote® (Caulk).

The solutions used in the examination of transport through microporosities of the sealants contained F^- and Ca^{++} ions, in representative concentrations for the oral conditions. It requires skill to avoid incorporation of air bubbles in the sealants. The capillary system delivered with Delton turned out to be a most practical instrument for this goal. The permeability experiments were done with 75 μ thick sealant samples. Sealant foils that showed air bubbles under the microscope were rejected. The diffusion of F^- and Ca^{++} -ions through sound sealants is neglectable, even after a two month observation time.

Literatuur:

1. Barker, R. E., Sharbaugh, A. H. (1965): Ionic conduction in polymer films and related systems. *J Polym Sci* 10: 139-152.
2. Breakspere, R. J., Tranter, T. C. Weldon, L. H. P. (1977): A preliminary examination of some of the factors affecting fissure sealant behaviour. *J Dent* 5: 57-66.
3. Hinding, J. H., Buonocore, M. G. (1974): The effects of varying the application protocol on the retention of pit and fissure sealants: a two year clinical study. *J Am Dent Assoc* 89: 127-131.
4. Mertz-Fairhurst, E. J., Schuster, G. S., Williams, J. E., Fairhurst, C. W. (1979 a): Clinical progress of sealed and unsealed caries, part I. *J Prosthet Dent* 42: 521-526.
5. Mertz-Fairhurst, E. J., Schuster, G. S., Williams, J. E., Fairhurst, C. W. (1979 b): Clinical progress of sealed and unsealed caries, part II. *J Prosthet Dent* 42: 633-637.
6. Theilade, E., Fejerskov, O., Migasena, K., Prachyabrued, W. (1977): Effect of fissure sealing on the microflora in occlusal fissures of human teeth. *Arch Oral Biol* 22: 251-259.
7. Williams, B., Von Fraunhofer, J. A. (1980 a): Microporosity in bis-glycidyl methacrylate films. *J Oral Rehab* 7: 267-276.
8. Williams, B., Von Fraunhofer, J. A. (1980 b): Ionic transport through bis-glycidyl methacrylate films. *J Oral Rehab* 7: 131-138.

Februari 1982.

Louwesweg 1,
Amsterdam.