

T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**FARKLI IŞIK KAYNAKLARI İLE POLİMERİZE EDİLEN ÇEŞİTLİ
ADEZİV SİSTEMLERDEN FARKLI DENTİN KALINLIKLARI ALTINDA
SALINAN ARTIK MONOMERLERİN YÜKSEK BASINÇLI LİKİT
KROMATOĞRAFİSİ İLE ANALİZİ**

Şerife Tuba BÜYÜKÖZER

DOKTORA TEZİ

DİŞ HASTALIKLARI VE TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

Danışman
Doç.Dr.Bora ÖZTÜRK

KONYA-2009

T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**FARKLI IŞIK KAYNAKLARI İLE POLİMERİZE EDİLEN ÇEŞİTLİ
ADEZİV SİSTEMLERİN FARKLI DENTİN KALINLIKLARI ALTINDA
SALINAN ARTIK MONOMERLERİN YÜKSEK BASINÇLI LİKİT
KROMATOĞRAFİSİ İLE ANALİZİ**

Şerife Tuba BÜYÜKÖZER

DOKTORA TEZİ

DİŞ HASTALIKLARI VE TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

Danışman
Doç.Dr. Bora ÖZTÜRK

Bu araştırma Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından
08202013 proje numarasıyla, TÜBİTAK tarafından 108S177
proje numarasıyla desteklenmiştir.

KONYA-2009

ÖNSÖZ

Tezimin hazırlanması sırasında her konuda bana yardımcı olan, yol gösteren, üstün istatistik bilgisine sahip tez danışmanım saygıdeğer hocam Doç.Dr. Bora ÖZTÜRK'e,

Eğitimimdeki katkılarının yanı sıra farklı bakış açıları ile yolumu aydınlatan, ufkumu açan değerli hocalarım Prof.Dr. Abdülkadir ŞENGÜN ve Prof.Dr. Nimet ÜNLÜ'ye,

Doktora eğitimimde başarılı araştırma projeleri içerisinde yer almamı sağlayan, tez aşamasında maddi ve manevi desteğini benden esirgemeyen kıymetli hocam Doç.Dr. Nilgün ÖZTÜRK'e

HPLC analizleri için laboratuvarında çalışma olanağını bana sağlayan Prof.Dr. Abdülkadir SIRIT'a ve çalışma ekibine,

Doktora eğitimim süresince odamız kadar hayatı da paylaştığımız değerli çalışma arkadaşlarıma,

Ders ve tez aşamalarında bir aile gibi sevgilerini hiçbir zaman benden esirgemeyen Sağlık Bilimleri Enstitüsü çalışanlarına,

Pulpa basıncı deney düzeneğinin hazırlanması ve geliştirilmesinde üstün teknik bilgileriyle, tezimin tüm şekil çizimleriyle bana yardımcı olan sevgili eşim Yük.İnşaat Mühendisi Abdurrahman Avni BÜYÜKÖZER'e, babalarım Matematik Öğr.Muzaffer TAŞDEMİR ve Yük.Elektrik Müh. Mesut BÜYÜKÖZER'e, manevi desteklerini esirgemeyen annelerim Matematik Öğr.Gülseren TAŞDEMİR ve İlknur BÜYÜKÖZER'e,

İsmini sayamadığım ama her zaman desteklerini yanımda hissettiğim diğer aile mensuplarım, hocalarım ve arkadaşlarıma en içten duygularıyla teşekkür ederim.

SİMGELER ve KISALTMALAR

μL: mikrolitre

μm: mikrometre

10-MDP: 10-methacryloyloxydecyl dihydrogenphosphate

4-META: 4-methacryloxyethyltrimellitic anhydride

AAEM: acetoacetoxyethyl methacrylate

BDDMA: 1,4-butanediol dimethacrylate

Bis-EMA: ethoxylated bisphenol A glycol dimethacrylate

Bis-GMA: bisphenol A diglycidyl methacrylate

BisHPPP: bishydroxypropoxyphenylpropane,

-C=C- : karbon karbon bağı

Ca(OH)₂: kalsiyum hidroksit

CQ: camphorquinone

DAD: diode array detector

Di-HEMA phosphate: di-2-hydroxyethyl methacryl hydrogenphosphate

DMABE: dimethylaminoethyl benzoate

DMEM: dulbecco's Modified Eagle Medium

E&R: etch & rinse adeziv sistem

EGDMA: ethyleneglycol dimethacrylate

FT-IR: Fourier Transform Infrared Spectrometry

g/mol: gram/ molar, molar kütle, moleküler kütle

GC: gas chromatography

gr/cm³: gram/santimetreküp

H₂O: su

HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate

Hg: civa

HPLC: high pressure liquid chromatography (Yüksek basınçlı likit kromatografisi)

HPMA: hydroxy iso-propyl methacrylate

LC: liquid chromatography

LED: light emitting diodes

M: molarite

MA: methacrylic acid
MDP: 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate
MIRS: multiple internal reflection spectroscopy
ml/dk: mililitre/dk
mL: mililitre
mm: milimetre
MMA: methyl methacrylate
MS: mass spectroscopy
MTA: mineral trioxide aggregate
mW/cm²: miliwatt/santimetrekare
nm: nanometre
NMR: nuclear magnetic resonance
PC: portland cement
PENTA: dipentaerythritol pentaacrylate phosphate
pH: power of hydrogen
psi: per square inch
QTH: kuartz tungsten halojen
R_f: alikonulma zamanı
SEAs: self-etch adeziv sistem
SEM: scanning electron microscopy
TCB resin: carboxylic acid modified dimethacrylate
TEGDMA: triethylene glycol dimethacrylate
TEM: transmission electron microscopy
TMPTMA: trimetylolpropan trimethacrylate
UDMA: urethane dimethacrylate
UV: ultra viole

İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ.....	1
1.1 Adezyon ve Diş Dokuları.....	2
1.1.1 Minenin Histolojisi ve Mineye Bağlanma	3
1.1.2 Dentinin Histolojisi ve Dentine Bağlanma	4
1.2 Dental Adeziv Sistemler	11
1.3 Dental Adeziv Sistemlerin Sınıflaması	12
1.3.1 Dental Adeziv Sistemlerin Kronolojik Sınıflaması.....	13
1.3.2 Dental Adeziv Sistemlerin Modern Sınıflaması	15
1.4 Dental Adeziv Sistemlerin İçeriği ve Monomerleri	18
1.4.1 Bisfenol A glikol dimetakrilat (Bis-GMA).....	21
1.4.2 Üretan dimetakrilat (UDMA).....	22
1.4.3 Trietilen glikol dimetakrilat (TEGDMA).....	22
1.4.4 Hidroksietil metakrilat (HEMA)	23
1.5 Artık Monomer	24
1.6 Işık Cihazları.....	26
1.7 Polimerizasyon Dereceleri Tespiti İçin Kullanılan Test Metodları	28
1.8 Kromatografi.....	29
1.8.1 Likit Kromatografi (LC)	30
1.8.2 Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi (High-pressure liquid chromatography, HPLC)	30
1.8.3 Artık monomerlerin HPLC ile Analizi.....	32
1.9 Salınım Sıvısı ve Süresi	33
2. GEREÇ VE YÖNTEM	36
2.1 Dentin Disklerinin Hazırlanması	36
2.2 Pulpa Basıncını Taklit Eden Düzeneğinin Hazırlanması ve Çalıştırılması	40
2.3 Adeziv Sistemlerin Uygulanması ve Polimerizasyonu	46
2.4 Numunelerin Toplanması ve Saklanması.....	49
2.5 HPLC Sisteminde Artık Monomer Miktarının Belirlenmesi	49
2.6 İstatistiksel Değerlendirme	56

3. BULGULAR.....	58
3.1 Farklı dentin kalınlıklarından geçen toplam HEMA miktarının ölçüm sonuçları..	61
3.2 Farklı adeziv sistemlerden salınan toplam HEMA miktarının ölçüm sonuçları	65
3.3 Farklı ışık cihazları ile polimerizasyon sonrası salınan toplam HEMA miktarının ölçüm sonuçları	69
3.4 Tüm grupların farklı zaman periyotları arasındaki toplam HEMA miktarı ölçüm sonuçları	73
3.5 Tüm grupların farklı zaman periyotları arasındaki HEMA miktarı ölçüm sonuçları	81
4. TARTIŞMA	90
5. SONUÇ ve ÖNERİLER	103
6. ÖZET	105
7. SUMMARY	107
8. KAYNAKLAR	109
9. ÖZGEÇMİŞ	119

1. GİRİŞ

Adeziv sistemlerin geliştirilmesi ve geleneksel kavite preparasyon yöntemlerinin yerini konservatif yöntemlerin alması, diş yapısı ve sağlığının korunması açısından büyük bir gelişmedir. Dişhekimliğindeki gelişmelerle her geçen gün artan sayıda yeni adeziv materyal hekimlerin kullanımına sunulmaktadır. Yeni geliştirilen adeziv sistemler zaman alıcı basamakları azaltarak kullanım kolaylığı sağlamaktadırlar. Önceki versiyonlarına göre önemli gelişmeler sergileyen bu sistemler çoğu dişhekimliği branşında geniş kullanım alanına sahip hale gelmişlerdir. Bu yüzden dişhekimliğinde oldukça fazla kullanılan bu materyallerin diş ve çevre dokulara zararlı etkilerinin araştırılması gerekmektedir.

Adeziv materyallerde polimerizasyon, monomerin polimere dönüşmesi ile gerçekleşir. Ancak tüm monomerler polimerlere dönüşmemekte, ortamda “*artık monomer*” olarak isimlendirilen polimerize olamamış monomerler kalmaktadır. Araştırmalarda adeziv sistemlerin polimere değişme oranının %35-%77 arasında olduğu rapor edilmiştir (Spahl ve ark 1998, Sideridou ve ark 2002, Sideridou ve Achilias 2005). Polimerize olmamış artık monomerler zamanla materyalden ağız ortamına ve pulpaya salınırlar. Bu salınım, materyalin mekanik özelliklerini etkilediği gibi biyouyumluluğunu da bozabilir. Literatürde, artık monomerlerden kaynaklanan alerjik (Wallenhammar ve ark 2000), sitotoksik (Geurtsen ve ark 1998a, Geurtsen ve ark 1998b, Schweikl ve ark 2005), genotoksik (Heil ve ark 1996, Schweikl ve ark 2007), mutajenik (Schmalz 1998, Schweikl ve ark 2005), östrojenik etkiler (Olea ve ark 1996), pulpa, dişeti ve oral mukoza reaksiyonları (Souza Costa ve ark 2003) mevcuttur. Bu yüzden farklı dentin kalınlıkları üzerine uygulanan adeziv sistemlerin, farklı ışık cihazları ile polimerizasyonundan sonra pulpaya doğru salınan artık monomer tiplerinin, miktarlarının ve salınma zamanlarının bilinmesi oldukça önemlidir.

Tüm bu literatür bilgilerin ışığında, bu çalışmanın amacı; 4 farklı dentin kalınlığı üzerine uygulanan 3 farklı adeziv sistemin 2 farklı ışık cihazı ile polimerizasyonu sırasında ve polimerizasyonu sonrasında salınan artık monomerlerin çeşidini, miktarlarını ve salınma zamanlarını tespit etmektir.

1.1 Adezyon ve Diş Dokuları

“Adezyon” bir yapının diğerine yapışmasıdır. “*Yapışılan yüzey yada yapı*”, “*adherend*”tir. “Adeziv” veya “*aderent*” yapının yüzeyine uygulanan, hatta yüzeyine penetre olan, ayrılmaya dirençli bir materyal olarak tanımlanabilir (Packham 2005).

Adezyon, iki ayrı yapıyı atomlar ve moleküller arasındaki kuvvet ve enerjilerle bir arada tutar (Packham 2005).

Adezyon fenomeninde dört farklı teoriden bahsedilir (Allen 2005).

- Mekanik teori, katı yapıdaki adezivın aderendin yüzeyindeki düzensizliklere ve pörozitelere mikromekanik kilitlenmesi ile gerçekleşir.
- Adsorbsiyon teorisi, adeziv ile aderend arasındaki primer (iyonik ve kovalent bağlar) ve sekonder (hidrojen ve dipol bağlar) bağları içeren tüm kimyasal kuvvetleri kapsar.
- Difüzyon teorisi, hareketli moleküller arasındaki bağlanma ile gerçekleşen adezyondur. Her iki arayüzden gelen polimerler birbirini içine geçip diğer tarafın molekülleriyle etkileşebilir. Sonuç olarak, arayüz kaybolur ve iki ayrı faz, tek bir parçaya dönüşür.
- Elektrostatik teori, bir metal ve bir polimer arasında elektriksel çift tabaka oluştuğu, bunun da bağlanmaya katkısının olduğu düşünülmektedir (Van Meerbeek ve ark 2006).

Herhangi bir arayüz fenomeninin oluşması için bağlanacak iki yüzeyin birbirine yeterince yakın ilişkide bulunması önemli bir gerekliliktir. Yakın ilişkinin yanı sıra, yüzey geriliminin aderendin yüzey enerjisinden düşük olması bağlantının sağlanabilmesi için önemlidir (Erickson 1992, Ruyter 1992, Eliades 1994). Yüzeyin ıslanabilirliği, yüzeyde bir damlanın yaptığı değme açısıyla karakterizedir (Padday 2005). Eğer sıvı katı yüzeye tamamen yayılıyorsa, tamamen ıslatılabilirliği gösterir ve değme açısı 0 derecedir (Van Meerbeek ve ark 2006).

Mine esas olarak yüksek yüzey enerjisine sahip olan hidroksiapatitlerden oluşur. Dentin ise hidroksiapatitlerden ve kollajenden oluşur. Mine ve dentinin yapısal özellikleri ve içerikleri birbirinden tamamen farklı olduğundan, bu iki dokunun adezyon kapasiteleri de farklıdır. Mineye adezyon, ıslatma ve yüzey enerjisi farklılıklarından dentine adezyondan daha kolaydır (Van Meerbeek ve ark 2006).

Ayrıca ağız ortamında mine yüzeyi pelikül ile kaplıdır. Pelikül adeziv ile yüzeyin yeterli ıslatılabilirliğini bozar. Bu nedenle pelikül hem yüzeyin enerjisini arttırmak, hem de yüzeyi temizlemek için uzaklaştırılmalıdır (Van Meerbeek ve ark 2006).

1.1.1 Minenin Histolojisi ve Mineye Bağlanma

Mine dokusu ağırlıkça %4 su, %1-2 organik ve %95-98 inorganik, hacimce ise %12 su, %1-2 organik ve %86 inorganik içeriğe sahiptir. İnorganik yapının esas içeriği hidroksiapatit kristalleridir. En dış yüzeydeki prizmasız mine dışında mine, yapısal ve içerik olarak neredeyse tamamen homojendir (Nordenvall ve ark 1980, Van Meerbeek ve ark 2006). İnorganik içeriğinin fazla olması minenin yüzey enerjisini artırır, su içeriğinin az olması ise bağlantıyı kolaylaştırır (Öztürk 2002).

Mineye bağlantı Buonocore'un 1955'te akrilik rezinin 2 dakika süresince %85'lik ortofosforik asit uygulanan mineye bağlanabildiğini göstermesiyle başlamıştır. Minenin asitlenmesi mine yüzeyini pelikülden temizler, prizmatik ve interprizmatik mine kristallerini çözerek mikropöroziteleri artırır. Böylelikle, bağlantı yüzey alanı, minenin ıslatılabilirliği ve yüzey enerjisi artar (Gwinnett ve Buonocore 1965, Öztürk 2002, Van Meerbeek ve ark 2006, Nishitani ve ark 2006). Sonuçta, adeziv rezine son derece cazip gelen bir mine yüzeyi oluşur. Adeziv rezin, mine yüzeyindeki pöroziteler içine girerek rezin uzantıları oluşturur ve bu rezin uzantıları ile mikromekanik bağlantı oluşur (Buonocore 1955, Van Meerbeek ve ark 1994, Öztürk 2002). Mine prizmaları arasındaki deminerilize bölgelerde "makro rezin taglar", mine prizmaları merkezindeki küçük deminerilize girintilerde ise "mikro rezin taglar" denilen yapılar oluşur (Öztürk 2002, Van Meerbeek ve ark 2006).

1.1.2 Dentinin Histolojisi ve Dentine Bağlanma

Minenin tersine, dentin dışsal travmalara karşı özel bir savunma mekanizması geliştirebilen canlı ve dinamik bir dokudur. Dentin dokusu, ağırlık olarak %12 su, %18 Tip 1 kollajen olan organik materyal ve %70 hidroksiapatit içerir. Dentin dokusu, hacim olarak, %25 organik materyal, %25 su, %50 inorganik içeriğe sahiptir. Adezyonu en çok dentin içeriğinin hacmi etkiler. Bu içerikler, tübüller arasında bulunan dentin ve peritübüler dentin içinde dağılmıştır, bu nedenle dentin dokusu heterojendir (Van Meerbeek ve ark 2006).

Dentin, mine sınırından pulpaya kadar uzanan dentin tübüllerinden oluşur. Çok sayıda dentin tübülü, dentini geçirgen hale getirecek şekilde pulpadan mine sınırına doğru diklemesine uzanır (Garberoglio ve Brannström 1976, Van Meerbeek ve ark 2006). Dentin kalınlığına bağlı olarak değişen ortalama dentin tübül çapı 0.63'ten 2.37 μm 'ye transmisyon elektron mikroskobu (TEM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile belirlenmiştir (Marchetti ve ark 1992). Aynı şekilde tübüllerin sayısı pulpa yakınında 45.000/mm²'den mine-dentin birleşiminde 20.000/mm²'ye düşer (Garberoglio ve Brannström 1976, Van Meerbeek ve ark 2006). Pashley (1991), dentin tübüllerinin oranını mineye yakın dentinde sadece %1, pulpaya yakın derin dentinde ise %22 olarak hesaplamıştır. Dentin tübüllerinin sayı ve çaplarındaki bu artış, pulpaya yakın bölgedeki dentinin geçirgenliğinin artmasıyla sonuçlanır. Ayrıca, dentin tübülleri odontoblastik uzantıları içerir ve pulpaya direkt bağlantıyı oluşturur (Van Meerbeek ve ark 2006).

Her tübül hipermineralize peritübüler dentin ile çevrilidir. Tübüller arasında bulunan dentin daha az mineralizedir ve daha çok organik kollajen fibril içerir. Dentin tübüllerinin konik şeklinden dolayı yüzeyel dentinin %96'sı tübüller arasında bulunan dentinden; %1'i dentin tübülleri içindeki sıvıdan ve %3'ü peritübüler dentinden oluşur (Garberoglio ve Brannström 1976, Heymann ve Bayne 1993, Pashley 1990). Pulpa yakınında peritübüler dentin %66 iken, tübüller arasında bulunan dentin sadece %12 ve dentin tübülleri içindeki sıvı da %22'dir (Marchetti ve ark 1992).

Dentin, içeriğinde ve mikroyapısında sürekli fizyolojik ve patolojik değişiklikler gerçekleşen dinamik bir yapıdır (Pashley 1984, Pashley 1989, Pashley ve Carvalho 1997). Çürük, abrazyon ya da erozyon ile etkilenmiş dentin, sağlıklı dentinden oldukça farklıdır. Pulpa odasında lezyon bölgesinde oluşan tersiyer ve tamir dentin cevabı, çürük veya atrizyonla oluşur (Pashley 1989, Pashley ve Carvalho 1997). Çürüğe karşı tübüllerin Whitelokite kristalleri ile tıkanması, hiperminerilizasyonu ve pulpaya yakın bölgede reparatif dentinin oluşması, dentinin savunma cevabıdır (Fusuyama 1979, Ogawa ve ark 1983).

Sklerotik dentin çok az dentin tübülü içerdiğinden geçirgenliği oldukça düşüktür (Yoshiyama ve ark 1996). Fizyolojik ve patolojik sürecin indüklediği, tüm bu morfolojik ve yapısal değişiklikler sonucunda oluşan etkilenmiş dentin, adeziv uygulamalara normal dentinden daha farklı cevap verir (Sattabanasuk ve ark 2004, Tay ve Pashley 2004).

Dentin, tersiyer ve sklerotik dentin oluşumu, yüzey alanı, bölgesel farklılıkları, smear tabakası varlığı, dentinal sıvı, pulpa basıncı ve diğer değişkenlere bağlı olarak hem geçirgen bir yapı, hem de bariyer görevi görebilir (Gerzina ve Hume 1995, Van Meerbeek ve ark 2006).

Dentin difüzyonunun derecesi uygulanan materyalin konsantrasyonuyla doğru orantılı olmasına rağmen, kalan dentin kalınlığı ile ters orantılıdır. Kalan dentin kalınlığı ve pulpaya yakınlık, dentinin geçirgenliğini belirleyen en önemli faktörlerdendir (Özok ve ark 2002).

Dentin tübüllerinin içi pulpa yakınındaki uzantıların yanı sıra, tübüler doku sıvısı ile doludur. Bu nedenle, dentin nemli bir dokudur. Ayrıca, pulpadan dışarı doğru sürekli bir basınç vardır. Dentin tübüllerinden dışarı doğru sıvı akışına neden olan pulpa basıncı varlığı, dentin yüzeyinin sürekli nemli hale gelmesine yol açar. Bu durum, klinik ve laboratuvar çalışmalarını ayıran en kritik farktır (Pashley 1991).

Dentin geçirgenliđi ve bunun sonucunda oluřan dentin nemliliđi; túbúlün çapı ve boyu, dentin sıvısının viskozitesi, içinde çözünmüř maddelerin moleküler boyutları, basınç gradyanı, difüzyona elveriřli yüzey alanı, túbüllerin açıklıđı ve pulpa sirkülasyonu etkisiyle maddelerin temizlenme oranı gibi birçok etkene bađlıdır (Pashley 1989, Pashley ve Carvalho 1997). Oklüzal dentinin geçirgenliđi, pulpa boynuzları üzerindeki oklüzal dentinin geçirgenliđinden daha fazladır. Proksimal dentinin geçirgenliđi ise oklüzal dentinin geçirgenliđinden daha fazladır. Koronal dentinin geçirgenliđi, kök dentininden daha fazladır (Van Meerbeek ve ark 2006). Dentinin geçirgenliđinin yüksek olması, eđer túbüller hermetik kapanmıyorsa, bakterilerin ve toksinlerinin kolayca dentinal túbüllerden pulpaya ulaşmalarına sebep olur (Söderholm 1991). Ayrıca dentin kalınlıđı azaldıkça monomer komponentleri, bu geniş çaplı ve çok sayıdaki túbülden daha kısa bir yol katederek hızla pulpaya ulaşabilmektedir (Hamid ve Hume 1997).

Smear Tabakası

Diř yüzeyi, kavite preparasyonu esnasında döner ve el aletleriyle hazırlanırken mine ve dentinde *smear tabakası* adı verilen bir tabaka ile kaplanır (Pashley 1992). Bu tabaka parçalanmış dentin dokusu, mikroorganizmalar, kan ve tükürük içerir. Kalınlıđı 0,5-5µm olan bir tabakadır (Gwinnett 1984). Dentin túbülü girişlerini *smear tıkaçı* adı verilen yapı ile örterler (Pashley ve ark 1988). Smear tabakasının dentin geçirgenliđini %85-86 oranında azalttıđı bildirilmiştir (Pashley ve Carvalho 1997). Smear tabakası, kesilmiş diř yüzeyi ve restorasyon yüzeyi arasındaki adeziv bađlantıyı direkt etkilemektedir (Yazici ve ark 2002, Van Meerbeek ve ark 2003).

Bonding uygulamasından önce smear tabakası uzaklaştırılmalıdır. Smear tabakası uzaklařtırmakta kullanılan asitler sitrik, poliakrilik, laktik ve fosforik asitlerdir, bu asitlerden en etkin olanı sitrik asittir (Van Meerbeek ve ark 2006). Zayıf organik bir asit olan sitrik asit, operatif diř hekimliđinde diř sert dokularını asitlemek, smear tabakasını ve smear tıkaçlarını uzaklařtırmak için 90'lı yıllarda kullanılmıştır (Di Lenarda ve ark 2000).

Smear tabakasının neden olduđu düşük bağlanma dayanımının üstesinden gelmek için iki strateji kullanılmaktadır (Pashley ve Carvalho 1997).

- Smear tabakasının uzaklaştırılmasını takiben adeziv sistem uygulaması (Etch&rinse)
- Smear tabakasının arasından penetre olabilen ve bağlantı oluşturabilen adeziv sistemler (Self-etch)

Pulpa Reaksiyonları

Diş pulpası dentinin formasyonundan sorumlu dokudur. Pulpa en çok dişin oluşumu ve sürmesi esnasında belirgin görev alsa da, yaşam boyunca sekonder dentin oluşumunda ve çürük, travma, restorasyon gibi stimülasyonlar sonucunda tersiyer dentin oluşumunda görevine devam eder. Pulpa, yarı sıvı bir jel yapının içinde serbest olarak bulunan ekstrasellüler matriks içinde gömülü hücre kombinasyonlarından oluşan bir bağ dokusudur. Ağırlıkça %75'i su ve %25'i organik materyalden oluşur. Kollajen, baskın şekilde ekstrasellüler matriksin kuru ağırlığının %25-32'ini oluşturur (Berkovitz ve ark 2002). Pulpa damarlarının şekillenmesi pulpa sinirlerine paralel seyrederek. Arterler ve venler diş pulpasına nörovasküler demetin bir parçası olarak apikal foramenden ve lateral dallardan girer.

Pulpanın vasküler ve sinirsel yapısı yaşla etkilenmektedir. Yaşın artmasına bağlı olarak pulpa daha az vaskülarize ve daha çok fibröz hale gelir. İnervasyon da, yaşın artmasına paralel olarak azalır. (Berkovitz ve ark 2002).

Pulpa dokusunun basıncı pulpanın sirkülasyonunun önemli bir parçasıdır (Heyeraas 1989, Pashley 1992). Pulpa enfekte olduğunda pulpa basıncı azalır (Van Hassel 1971, Stenvik ve ark 1972, Tonder ve Kvinnsland 1983).

Van Hassel (1971) intrapulpal sıvı basıncını özgül ağırlığı 13.6 gr/cm³ olan civa (Hg) değerinden 25-30mmHg olarak, Otsuki (1988) de özgül ağırlığı 1 gr/cm³ olan su (H₂O) değerinden 34-40 cmH₂O olarak hesaplamıştır. Araştırmacıların bir kısmı pulpa basıncının adeziv sistemlerin bağlanma dayanımına etkisini, basıncın 30

ile 37 cmH₂O olduđu deęerlerde alıřmıřlardır (Moll ve Haller 2000, Gernhardt ve ark 2005, Moll ve ark 2005, Gernhardt ve ark 2008). Vongsavan ve Matthews (1992) dentinden eksojen bir basınla pulpadaki sıvı hareketini lerek pulpa basıncının deęerini belirlemiřlerdir. Pulpa basıncının deęerinin belirlenmesinde, ncellikle dentine dıřarıdan basın uygulanmadan pulpa sıvısının dıřarı ynde akıř miktarını lmıřlerdir. Daha sonra dıřarıdan dentine basın uygulaması yapılmıř ve basıncın miktarı arttırılarak devam edilmiřtir. Uygulanan bu basın karřısında, sıvı akıřının dıřarı ynde azaldıęı grlmřtir. Dıřarı ynde pulpa sıvısının hi ıkmadıęı, eksojen basıncın 15 cmH₂O olduđu durumda bu deęer pulpa dokusunun basıncı olarak belirlemiřtir. Buna ek olarak basıncın belirlenmesine ynelik yapılan in vitro alıřmalarda da hiperemik pulpa basıncının daha nceki alıřmalarda kullanılan pulpa basıncı deęerleri gibi yksek olmadıęı, 15 cmH₂O basıncında olduđu belirlenmiřtir (Vongsavan ve Matthews 1992, Ciucchi ve ark 1995). Bu deęer, pulpa basıncının taklit edildięi birok alıřmada kullanılmıřtır (Sengun ve ark 2003, Cardoso ve ark 2008).

Yapılan alıřmalarda, genellikle pulpa basıncının taklidi iin her diře zel bir su hortumu eklenmiř ve su basıncı seviyesi belirlenmiřtir (Hosaka ve ark 2007, Cardoso ve ark 2008, Gernhardt ve ark 2008).

Kalan dentin kalınlıęı, kavite tabanından pulpaya kadar uzanan pulpayı rrk lezyonundan ayıran saęlıklı dentin kalınlıęıdır (Hamid ve Hume 1997). Diře uygulanan hibir malzeme pulpayı bu kalan dentin dokusu kadar koruyamaz. rneęin, kavite preparasyonu sırasında kalan dentin kalınlıęı oluřan ısıyı ok iyi yalıtma zellięine sahiptir (Van Meerbeek ve ark 2006).

İn vitro alıřmalarda, kalan dentin kalınlıęının, artık monomer geiřini azalttıęı hatta engelledięi gsterilmiřtir (Hamid ve Hume 1997). En fazla monomer geiřinin 0.4mm-0.6mm kalınlıkta olduđu rapor edilmiřtir. Ayrıca mevcut diř dokusunu korumanın, kaybolan diř dokusunun yerine kaide veya rtcler kullanmaktan daha nemli olduđu gsterilmiřtir (Van Meerbeek ve ark 2006).

Derin Dentin Kaviteğinde Kalsiyum Hidroksit ve Adeziv Sistemlerin Kullanımı

Kalsiyum hidroksit (Ca(OH)_2) kök dentin hassasiyetini azaltmak, pulpa ekspozlarında dentin formasyonunu stimule etmek için diş hekimliğinde 100 yıldan fazla zamandır kullanılan bir malzemedir (Pashley ve ark 1986). Ca(OH)_2 günümüzde sıklıkla derin kaviteğinde restoratif materyallerin altında pulpa dokusunu kimyasallardan korumak için kullanılmaktadır.

Ca(OH)_2 , dentin tübüllerini tıkararak, asitleri nötralize ederek ve restoratif materyallerden salınan ürünlerin geçişini engelleyerek pulpa dokusu için koruyucu bir bariyer görevi görür (El-Araby ve Al-Jabab 2005).

Ca(OH)_2 , uzun zamandır tamir dentin yapımını sağlamak için pulpayı uyarıcı olarak kullanılmıştır. Bununla birlikte Ca(OH)_2 'in her türü pulpa üzerinde aynı stimülatör etkiyi yapamamaktadır. Son zamanlarda yapılan araştırmalarda Ca(OH)_2 tamir dentin yapımının uyarılmasından çok, bakterilerin ve ürünlerinin zararını azaltarak yada ortadan kaldırarak gösterdiğine inanılmaktadır. Bu yüzden derin dentin çürüklerinde pulpa yüzeyinin sızdırmaz bir şekilde kapatılmasının, bakterilerin yaşamasını engelleyeceğinden daha önemli olduğu rapor edilmiştir (Kitasako ve ark 2008).

Bakteri kontaminasyonunun olduğu durumlarda Ca(OH)_2 veya adeziv sistem uygulamasının karşılaştırıldığı bir hayvan deneyinde, Ca(OH)_2 'in kullanıldığı dişlerde Ca(OH)_2 içerisinde tünel defektler oluşmasıyla sızdırmazlığın bozulması pulpanın örtülmesinde başarısızlık olduğu söylenmiştir (Kitasako ve ark 2008). Yine aynı çalışmada pulpa ekspozunun örtülmesi için adeziv sistem veya Ca(OH)_2 uygulanması sonucunda oluşan enflamatuvar reaksiyonlar arasında fark bulunamamıştır. Adeziv sistemlerle, pulpanın iyi örtülüp izole edildiğinde pulpanın sağlığının korunabileceği iddia edilmiştir (Bergenholtz 2000, Faizullaeva ve Vinnichenko 2008). Dolayısıyla araştırmacılar arasında bir ikilem doğmuştur.

Ca(OH)_2 'in fiziksel özellikleri zayıftır. Kolay çözülebilen Ca(OH)_2 preparatı adeziv sistemle kontamine olup eriyebilir ve sonuçta marjinal sızıntının artmasına yol açar. Ayrıca adeziv sistemlerin dentine olan bağlantılarını da olumsuz yönde etkilemektedir (Ünlü ve Çetin 2008). Bu nedenle kimi araştırmacılar rezin esaslı biyoaktif kalsiyum fosfat gibi geliştirilmiş Ca(OH)_2 formlarını önerirken (Dickens ve ark 2004), kimi araştırmacılar da pulpa kapamalarında direkt dentin adeziv sistemlerin kullanılmasını önermişlerdir (Pashley ve ark 1996, Ranly ve Garcia-Godoy 2000). Bu düşünce pulpanın iyi örtülüp izole edildiğinde pulpanın sağlığının korunabileceğinden ortaya çıkmıştır. Bu teori hayvan çalışmalarıyla desteklenmiştir (Murray ve ark 2002, Kitasako ve ark 2008). Hayvan deneylerinde mekanik olarak açılan pulpalar direk adeziv sistemler ile kapatıldığında, bakteri izolasyonu sağlandığı gösterilmiştir (Kitasako ve ark 2008). Sonuç olarak açılmış pulpa dokusunun sızdırmaz bir şekilde kapatılıp bakteri invazyonu engellendiği durumlarda, pulpanın tamir dentinini oluşturabildiği belirtilmiştir (Kitasako ve ark 2008). Bazı araştırmacılar adeziv sistemlerin bileşenlerinin pulpa hücrelerine toksik olduğunu göstermişler, ancak bu bileşenlerin çok uzun sürelerde, çok yavaş salındığı görüldüğünden (About ve ark 2005) pulpa kapamalarında güvenle adeziv sistemlerin kullanımını tavsiye etmişlerdir (Ratanasathien ve ark 1995, Vajrabhaya ve ark 2003).

Günümüzde direkt pulpa kapamasında Ca(OH)_2 'in ve adeziv sistemlerin yanı sıra Portland Siman (PC) ve Mineral Trioxide Aggregate (MTA) materyalleri de kullanılmaktadır (İslam ve ark 2006, Yasuda ve ark 2008, Bogen ve ark 2008, Witherspoon ve ark 2006). Ayrıca pulpa savunmasını başlatıcı ve uyarıcı biyoaktif ajanların uygulanması, lazer ve ozon teknolojisinin kullanımı, çürük ilerlemesini durdurmak ve hasar görmüş dokunun iyileşmesini başlatmak için yenilikçi teknolojilerdir (Bogen ve ark 2008).

Sonuçta bazı araştırmacılar 0.5mm'den daha az dentin kalınlığı kaldığı durumlarda mutlaka bir kaide materyalinin kullanılmasını tavsiye etmişlerdir (Witherspoon ve ark 2006). Bazıları da Ca(OH)_2 'in zamanla dolgu altında çözünerek, adeziv sistemin dentine bağlantısının bozulduğu gerekçesiyle adezivlerin kullanılmasını önermişlerdir (Cox ve ark 1996, Kitasako ve ark 2008). Hatta dentinin perfore

olduğu durumlarda bile, direkt adeziv sistemlerin uygulanmasının gerekli iyileşmeyi sağladığını iddia eden çalışmalar da vardır (Ghavamnasiri ve ark 2004).

1.2 Dental Adeziv Sistemler

Buonocore 1955’de ilk defa 2 dakika süresince %85’lik ortofosforik asite tabi tutulan mineye akrilik rezinin bağlanabildiğini göstermiştir. Buonocore’un bu öncülüğü dişhekimliği pratiğinde çok büyük değişikliğe neden olmuştur. Örneğin, Black’in (1917) “*korumak için genişletme*” prensibiyle ortaya koyduğu geleneksel kavite preparasyonlarının yerini büyük ölçüde dişi koruyan minimal invaziv teknikler almıştır.

Adeziv sistemler hem mine, hem de dentine bağlanan restoratif kompozit materyallerin tutuculuğunun sağlanması ve dentin tübüllerini örterek operasyon sonrası hassasiyetin azaltılması için geliştirilmiş ara materyallerdir (Dönmez 2003). Adeziv sistemlerin kullanıldığı restorasyonların geleneksel tekniklere karşı pek çok avantajı vardır. Geleneksel olarak restorasyonun retansiyon ve stabilizasyonunda sağlıklı diş dokusunun uzaklaştırılması gerekirken, adeziv sistemler kullanıldığında bu gerekli değildir. Adeziv sistemler, ayrıca restorasyon ve diş arayüzünde mikrosızıntının azalmasına neden olur. Mikrosızıntının azalması, postoperatif duyarlılık, marjinal boyanma ve yeni çürük oluşumu gibi restorasyonun ömrünü kısaltan klinik problemleri de engelleyecektir (Dönmez 2003).

Adezivlerin dayanıklılığı restorasyonun başarısını etkiler. Diş dokularına bağlantıyı ve sızdırmazlığı sağlayan adeziv sistemlerin aynı zamanda çevre ve diş dokularına zararlı etkilerinin bulunmaması da önemlidir. Bu durum bağlantı istenen dokunun mine ya da dentin dokusu olması, mine ve dentinin yapısı ve içeriği, kalan dentin kalınlığının miktarı, smear tabakası, pulpa basıncı ve miktarı, adeziv sistemin polimerizasyonunda kullanılan ışık cihazının tipine bağlı olarak değişir. Ayrıca, nem, ısı ve pH değişikliklerine bağlı olan ağız ortamı da dolaylı olarak adezivin çevre ve diş dokularına etkisini değiştirmeye yol açabilir (Van Meerbeek ve ark 2006).

Dental adeziv sistemin adezyon kapasitesi, adezivin iki özelliğine bağlıdır: Birincisi; adezivin mine ve dentine bağlanması, diğeri ise adezivin üzerine uygulanacak olan kompozite bağlanması. Adezyon, polimerizasyonu takiben inorganik diş yapısının rezin monomerler ile yer değiştirip kilitlenmesiyle gerçekleşir (Van Meerbeek ve ark 2003). Difüzyon mikromekanik tutuculuğu elde etmek için birincil mekanizmadır. Mikroskobik olarak buna “*hibridizasyon*” denir (Nakabayashi ve ark 1982). Bu süreç, rezinin minede asitle pürüzlendirilmiş mine prizmaları arasına ve içine girip basit kilitlenmesi ve dentinde açığa çıkmış kollajenlerin çevresine çökmesi ile gerçekleşir. Ancak, günümüz orta ve zayıf pH’ya sahip self etch adeziv sistemler kollajenleri tamamen açığa çıkaramamaktadır. Yakın zamanda bazı orta ve zayıf self etch sistemlerin iyi klinik performanslarını açıklayan, asidik monomerler ve kalsiyumun hidroksiapatit içerisinde iyonik bağlantısını anlatan ilave bir mekanizma açıklanmıştır (Dickens ve ark 2004). Sonuç olarak, mine ve dentinin az miktarda demineralizasyonu ile smear tabakasının yeterli miktarda uzaklaştırılması, iyi ıslanmanın, difüzyonun, penetrasyonun sağlanması ve rezin içeriğinin iyi polimerizasyonu çok önemlidir. Geleneksel olarak, adeziv sistemler akrilik rezin monomerler, organik çözücüler, başlatıcılar, inhibitörler ve bazen doldurucu partiküller içerir. Bu komponentlerin her birinin spesifik bir fonksiyonu vardır. Adeziv sistemlerin kimyasal özelliklerindeki iyi yöndeki gelişmeler performanslarını anlamada ve tahmin etmede çok önemlidir (Van Landuyt ve ark 2007).

1.3 Dental Adeziv Sistemlerin Sınıflaması

Günümüzde dental adeziv sistemler iki şekilde sınıflandırılmaktadır. Birincisi; adezivlerin tarihsel gelişimlerine göre kronolojik olarak sınıflandırılmalarıdır (Kugel ve Ferrari 2000). Ancak bazı araştırmacılar, kronolojik sınıflamanın bilimsel bir temele dayanmadığını söyleyerek adeziv sistemlerin modern sınıflamasını ortaya koymuşlardır (Van Meerbeek ve ark 2003, Van Meerbeek ve ark 2006). Modern sınıflamada adezivler smear tabakasına etkilerine göre sınıflandırılmışlardır.

1.3.1 Dental Adeziv Sistemlerin Kronolojik Sınıflaması

Birinci nesil adeziv sistemler

Buonocore ve arkadaşları 1956 yılında gliserofosforik asit dimetakrilatın hidroklorik ile asitlenmiş dentin yüzeyine bağlandığını bildirmişlerdir. Erken dentin asitleme tekniklerinin başarısız olmasıyla adeziv sistemler için kimyasal formüller tasarlanmıştır. İnorganik kalsiyum hidroksiapatite ve organik dentin kollajenlerine kimyasal olarak bağlanacağı düşünülen çift fonksiyonlu organik monomerler geliştirilmiştir. Daha sonra geliştirilen N-phenylglycine glycidyl methacrylate polyurethane ilk ticari dentin bonding ajan olan Servident'in (S.S. White) temeli olmuştur. Ancak dentine bağlanma kuvvetleri düşük olduğundan başarısız olmuşlardır (Van Meerbeek ve ark 2006).

İkinci nesil adeziv sistemler

İkinci nesil adeziv sistemler mineye diş yüzeyindeki kalsiyum ile şelasyon oluşturarak bağlanırlar (Bowen 1965). Çok sayıdaki ikinci nesil adeziv sistemin ilki 1978'de tanımlanan Clearfil Bond System F (Kuraray, Osaka, JAPONYA)'dir. Bondlite (Kerr/Sybron, Orange, CA, ABD), J&J VLC Dentin Bonding Ajantı (Johnson&Johnson Dental, San Cristobal, ABD), Dental Adesit (Ivoclar/Vivadent, Schaan, LI) ve Scotchbond (3M, St. Paul, MN, ABD) bu dönemin bondinglerindendir. Bu sisteme sahip ürünlerin adezyon mekanizması negatif yüklü fosfat ve pozitif yüklü kalsiyum grupları arasındaki iyonik ilişki kadar yüzey ıslatılabilirliği ile de ilgilidir. Birinci nesil sistemlerden daha iyi bağlanma dayanımına sahiptirler. Klinik başarısızlığı, ağız ortamındaki yetersiz hidrolitik stabilitesine ve öncelikli bağlanmanın altındaki dentinden ziyade smear tabakasıyla olmasına bağlanmıştır (Van Meerbeek ve ark 2006).

Üçüncü nesil adeziv sistemler

Üçüncü nesil adeziv sistemlerin temeli smear tabakasının uzaklaştırılmasını amaçlayan dentinin asitlenmesi prensibine dayanır (Fusayama ve ark 1979). Asit,

primer ve adezivden oluşan çok basamaklı uygulamalar içermektedir. 4-methacryloxyethyl trimellitate anhydride (4-META)'nın dentine bağlantıdaki etkisi 1982 yılında tanımlanmıştır (Nakabayashi ve ark 1982). Hem hidrofilik, hem de hidrofobik gruplardan oluşan 4-META içeren sistemler, günümüzde de kullanılmaktadır. Üçüncü nesil adeziv sistemlerden Clearfil New Bond (Kuraray) 1984'te piyasaya sürülmüştür. Uzun hidrofobik ve kısa hidrofilik aktif içerikli HEMA ve 10-MDP içermektedir (Nakabayashi ve ark 1992). Adeziv 10-MDP adeziv sistemin uygulanmasından önce dentine asitleme işlemi uygulanır. Kullanılan asitler smear tabakasını ya modifiye eder yada tamamen ortadan kaldırır. Daha sonra hidrofilik primer ve bonding sistemleri uygulanır (Ülker 2006).

Dördüncü nesil adeziv sistemler

1990'lı yılların başından itibaren çok basamaklı dentin adeziv sistemlerin geliştirilmesi adeziv dişhekimliğinde önemli bir aşamadır. Bağlanma kapasitelerinin artırılmasıyla, klinik başarının ortaya çıkmasından dolayı dördüncü nesil adeziv sistemler günümüzde halen yaygın olarak kullanılmaktadır. Ayrı bir asit uygulama basamağı ile dentin yüzeyi bağlantı oluşturmaya daha yatkın hale getirilmektedir. Dördüncü nesil adeziv sistemler günümüzde % 30-40 konsantrasyonlu fosforik asit jel içerir ve üç-basamaklı-etch&rinse adezivler olarak adlandırılırlar. Dördüncü nesil adeziv sistemlerde “*bonding ajan*” terimi yerini “*adeziv sistem*” 'e bırakmıştır (Van Meerbeek ve ark 2003).

Beşinci nesil adeziv sistemler

Uygulama basamaklarının ve sayılarının karmaşıklığından dolayı üretici firmalar daha basit, daha az zaman alıcı olduğunu düşündükleri tek basamak veya tek şişe ürünler geliştirmişlerdir. Bu sistem, % 34-37.5'luk fosforik asit ile asitleme basamağını takiben tek seferde kombine primer ve adeziv sistem solüsyonu uygulamasını kapsar (Van Meerbeek ve ark 2006).

Altıncı nesil adeziv sistemler

Üretici firmalar klinikte zaman alıcı basamakları azaltmaya yönelik sistemler geliştirmeye devam etmektedirler. Altıncı nesil adeziv sistemler, asitleme ve primerin tek şişe içerisinde sunulduğu ayrı bir adeziv içeren sistemler, ya da ayrı ayrı karıştırma gerektiren asit, primer ve adeziv içeren self etch sistemlerdir. Altıncı nesil adeziv sistemler ikinci nesil sistemlere benzerler. Aralarındaki esas fark primerin asiditesidir. Altıncı nesil adeziv sistemler, adezivi eskiye nazaran daha hidrofilik yapan 4-META ve 10-MDP gibi asidik monomerleri içerirler. Ayrıca 4-META'nn, amalgam (Chang 2004) ve altın (Ohno ve ark 2004) gibi metalleri ıslatabildiği bilinmektedir. Bu sistemler, dördüncü ve beşinci nesil sistemlere göre daha düşük bağlantı dayanımı göstermişlerdir (Inoue ve ark 2001). Adper SE Plus Bond (3M ESPE, St. Paul, MN, ABD) altıncı nesil adeziv sistemlere bir örnektir.

Yedinci nesil adeziv sistemler

Self etch adeziv sistemleri tek şişede sunan en son nesil adeziv sistemlerdir. Bu nesil adeziv sistemlerde hidrofilik ve hidrofobik içerik birleştirilmiştir. Bu nedenle dördüncü ve beşinci nesil adeziv sistemlerden daha düşük bağlantı dayanımı gösterirler (Van Meerbeek ve ark 2003). Clearfil™ S³Bond (Kuraray, Osaka, Japonya) ve XP bond™ (Dentsply, PA, ABD) yedinci nesil adeziv sistemlere örnektir.

1.3.2 Dental Adeziv Sistemlerin Modern Sınıflaması

Dental adeziv sistemlerin modern sınıflaması, güvenilirlik ve geçerlilik bakımından bilimsel olarak kanıtlanmıştır (Inoue ve ark 2001, Van Meerbeek ve ark 2003). Bu sınıflama dental adeziv sistemlerin, smear tabakasına olan etkilerine göredir.

Bu sınıflamada adeziv sistemler;

- Smear tabakasını tamamen uzaklaştıran adeziv sistemler (Etch&Rinse, E&R)
- Smear tabakasını çözen adeziv sistemler (Self-etch, SEAs)
- Smear tabakasını değişikliğe uğratan adeziv sistemler
- Rezin modifiye cam iyonomer esaslı adeziv sistemler

Smear tabakasını tamamen uzaklaştıran adeziv sistemler (Etch&Rinse, E&R)

Mine ve dentinin aynı anda asitlenmesi sonucu smear tabakası tamamen kaldırılır. Asit uygulandığında smear tabakası ve smear tıkaçları uzaklaştırılır, dentinin geçirgenliği de buna bağlı olarak artar. Ayrıca tübüller arasında bulunan dentin yüzeyinin demineralizasyonu ile hidroksiapatitler uzaklaşarak boşluklar oluşturur. Böylece mikropörözite artmış ve yüzey enerjisi de azalmış olur (Pashley ve Carvalho 1997). Primerler, yüzey enerjisini arttırmak için kullanılan, etanol, aseton veya su gibi çözücülerle çözünmüş polimerize olabilen hidrofilik monomerlerdir (Inoue ve ark 2001). Primerin içindeki bu çözücüler dentin yüzeyinden suyun uzaklaştırılarak kollajenin nemli kalmasını engellerler. Kollajenler arasına monomerlerin taşınması da yine çözücü ile sağlanır (Jacobsen ve Söderholm 1995, Perdigão ve ark 1999, Dönmez 2003).

Özetle; E&R adezivler ayrı bir asitleme ve yıkama işlemini gerektirirler. E&R adezivlerde asitleme ve yıkama işlemini, primerleme ve adeziv rezin uygulama işlemleri takip etmektedir.

Smear tabakasını çözen adeziv sistemler (Self-etch, SEAs)

Smear tabakasının adezyon için uygun bir yapı olabileceği fikriyle self-etch (SEAs) sistemler geliştirilmiştir. Asidik primer solüsyonlarla smear tabakasını çözmek ve böylece hibrit tabakasının yapısına smear tabakasını da dahil etmek esastır. Bu sistemler smear tabakasının altındaki dentini de bir miktar demineralize eder ve bu alanlara smear tabakası boyunca asidik rezin monomerin infiltrasyonunu

sağlar. Bu da hibrit tabakası oluşumuna neden olur (Jacobsen ve Söderholm 1995, Dönmez 2003).

SEAs’lerde primerin asiditesi smear tabakasındaki mineral bileşenler tarafından tamponlanarak düşürülebilir, bu da sağlam dentine primerin penetrasyonunu azaltabilir (Tay ve ark 2000). SEAs’lerin 3-4 µm kalınlığında olan smear tabakası içerisine penetre olabildikleri ve 400-500 nm derinlikte olan tübüller arasında bulunan dentini demineralize etmek için yeterli asiditeye sahip oldukları bildirilmiştir (Tay ve ark 2000).

SEAs, E&R adezivlerden daha az teknik hassasiyete sahiptir. Çünkü asitleme ve yıkama işlemi gerektirmeyen asidik monomerleri kullanarak dentin ve minenin asitleme ve primerlere işlemlerini eş zamanlı olarak yürütürler. Günümüz self-etch adezivleri, hem dentin hem de minenin eş zamanlı primerleme ve asitleme işlemlerini yapabilecek monomer formüllerine sahiptirler (Van Meerbeek ve ark 2001, Van Meerbeek ve ark 2003, Ülker 2006).

SEAs’ler klinik kullanımlarına göre, primerin asitle veya adeziv rezinle karıştığı durumlarda; iki-basamaklı E&R ve tek-basamaklı SEAs olarak sınıflandırılmaktadırlar. Genellikle, hidrofobik çapraz bağlayıcı monomerler, 3-basamaklı E&R veya 2-basamaklı SEAs sistemler içinde bulunur, primerler ise hidrofilik fonksiyonel monomerleri içerirler. (Dönmez 2003, Van Meerbeek ve ark 2003).

Smear tabakasını değişikliğe uğratan adeziv sistemler

Smear tabakasının varlığının pulpayı koruyan bir bariyer olduğu görüşüyle, bu tür adezivler smear tabakasını hafif değişikliğe uğrattır (Inoue ve ark 2001, Van Meerbeek ve ark 2003). Bu sistemlerde dentinde yeterli ıslanma sağlanarak smear tabakaya infiltre olan monomerlerin polimerizasyonu ile bir mikromekanik bağlanma beklenmektedir. Bu grupta yer alan adezivlerin çoğu günümüzde kullanımdan kalkmıştır (Dönmez 2003).

Rezin modifiye cam iyonomer esaslı adeziv sistemler

Rezin ve geleneksel cam iyonomer teknolojisinin birleştirilmesi ile rezin kompozitleri diş dokusuna bağlayan sistemlerdir (Dönmez 2003).

1.4 Dental Adeziv Sistemlerin İçeriği ve Monomerleri

Dental adeziv sistemlerin kimyasal içeriğinde, çözücü içinde rezin monomerler, reaksiyon başlatıcılar, inhibitörler, doldurucu partiküller ve spesifik maddeler bulunur. Günümüz dental adeziv sistemlerin kimyasal içeriği ve bunların özellikleri çok çeşitlidir. Adeziv sistemler arasında görülen farklılık, içeriksel ve oransal olabilir (Van Landuyt ve ark 2007). Adeziv sistemler içinde bulunan rezin monomerler kompozit rezinlerin içinde bulunanlardan farksızdır. Kompozit rezine benzer şekilde polimerize edilen ve bir iskelet gibi destek görevi gören monomer içeren matriks, adeziv sistemlerde de aynıdır. Bu nedenle monomerler adeziv sistemler içinde bulunan en önemli elemanlardır (Van Landuyt ve ark 2007).

Monomerler kimyasal olarak diğer monomerlere bağlanarak polimer oluşturan küçük moleküllerdir. Polimerler ise, tekrarlayan birimlerin birbirine kovalent kimyasal bağlarla bağlanmasıyla oluşan büyük moleküllerdir. Monomerlerden polimer oluşması işlemine “*polimerizasyon*” denir. Polimerizasyonun derecesi, belirli bir zamanda polimerizasyon reaksiyonu içerisinde tekrarlayan birimlerin polimer zinciri oluşturması olarak tanımlanır (Sperling 2006).

Adeziv sistem ve kompozit arasında iyi bir kovalent bağlantı sağlanması için, dental adeziv sistemlere, kompozit rezin materyal içeriğine benzer rezin monomerler eklenmiştir. Bu monomerler, adezyonu sağlayan anahtar parçalardır. Temelde, çapraz-bağlayıcılar ve fonksiyonel monomerler olarak iki tip monomerden bahsedilebilir. Fonksiyonel monomerlerin genelde sadece bir tane polimerize edilebilen grubu varken, çapraz bağlayıcıların iki (vinil-gruplar yada $-C=C-$) veya daha fazla polimerize olabilen grubu vardır. Çoğu fonksiyonel monomerler, monomere özel olan fonksiyonel grup olarak adlandırılan serbest kimyasal bir gruba sahiptirler. Fonksiyonel monomerler polimerizasyonu takiben doğrusal polimerleri oluştururken çapraz-bağlayıcılar çapraz bağlı polimerleri oluştururlar. Çapraz bağlı

polimerler linear polimerlerle karşılaştırıldığında, daha iyi mekanik dayanıklılık gösterdikleri kanıtlanmıştır. Bu yüzden çapraz bağlı monomerler adeziv rezini güçlendirmek bakımından çok önemlidir (Peutzfeldt 1997, Van Landuyt ve ark 2007).

Akrilatlar ve özellikle de metakrilat monomerler yaygındır. Akrilik sistemlerin avantajı basit radikal polimerizasyon reaksiyonlarına sahip olmaları ve renksiz, tatsız karakterde olmalarıdır (Oadian 2004). Akrilatlar ve fazladan bir metil grup ilavesi yapılmış metilakrilatlar arasındaki esas fark ise aktivasyonlarıdır, metakrilatlara nispeten akrilatların çift bağları çok daha aktiftir. Bundan dolayı akrilatlar, daha az biyouyumluluk gösterirler ve raf ömürleri kısadır (Peutzfeldt 1997). Ayrıca metilakrilatlar oksijen inhibisyonuna daha az hassastırlar (Lee ve ark 2004). Akrilat ve metakrilatların her ikisi de ester gruplarının bozulmasına yani hidrolizise çok hassastırlar (Salz ve ark 2005). Bu problemlerin üstesinden gelebilmek için yeni monomerlerden metakrilamidler tasarlanmışlardır. Metakrilamidlerin ester grubunun yanısıra, bir de suya çok daha dayanıklı olan amid grubu vardır (Nishiyama ve ark 2004a, Moszner ve ark 2005, Salz ve ark 2005).

Polimerize olabilen grup genellikle hidrofobik özellik sergilemektedir. Adeziv sistem içinde polimerize edilen resin kısım, yapısal devamlılığı ve dayanıklılığı sağlayan fiziko-mekaniksel özellikte bir iskelet gibi görev yapar (Van Landuyt ve ark 2007).

Fonksiyonel monomerlerlerdeki fonksiyonel gruplar genellikle hidrofilik özellik gösterirler. Bu fonksiyonel grup, ıslanmayı veya dentin demineralizasyonunu artırır. Adezyonu sağlayan fonksiyonel monomerler, hidrofilik özellikleriyle adezivlerin dentine bağlanma gücünü belirgin bir şekilde arttırırlar (Watanabe ve ark 1994). Ticari olarak en yaygın kullanılan fonksiyonel gruplar; fosfat, karboksil asit ve alkol gruplarıdır. Sülfonik asit, fosfat, fosfonat ve karboksil gruplar aköz solüsyonlar içine salınım yapabilirler ve asit baz reaksiyonu içinde tepkimeye girebilirler. Adezyonu sağlamak ve ıslanabilirlik etkilerinden başka, proton salan fonksiyonel gruplar, yeterli konsantrasyonda uygulandıklarında belirgin bir yüzey demineralizasyonu oluştururlar. Asitleme derecesi bu grupların asiditesine bağlıdır.

Asidite özelliği yüksek olanlar sırasıyla sülfonik asit, fosfonik, fosforik, karboksilik asit ve alkoldür (Nishiyama ve ark 2004a, Moszner ve ark 2005). Dihidrojen asitler monohidrojen bölümlerinden daha fazla proton ayırabildikleri için her zaman daha fazla asidiktirler. Bazen çok serbest fonksiyonel gruplar monomerler içinde oluşturulabilir (Tay ve Pashley 2001).

Monomer matriksinin, fonksiyonel ve polimerize olabilen grupları bir arada tutmaktan başka bir görevi yoktur, ama monomerlerin polimer oluşturabilme kapasiteleri üzerinde önemli bir etkisi vardır (Nishiyama ve ark 2004b). Matriks genellikle alkil bir zincirdir, ancak esterler, amidler ve aromatik gruplar gibi pek çok grubu da barındırır. Matriksin bölümleri, monomerlerin sudaki ve diğer çözücüler içindeki çözünürlüğünü belirler. Matriks grubunun hidrofilitesi, monomerlerin yüksek hidrolizis affinitesi, polimerize olmuş rezinin renk değiştirmesi ve şişmesi ile karakterize olan su emilimine neden olur. Matriks grubun boyutu, monomerlerin vizkozitesini, dolayısıyla ıslatılabilirliğini ve penetrasyonunu belirler. Ayrıca matriks, monomerlerin esnekliğini kontrol eder (Van Landuyt ve ark 2007). Dahası, matriksin neden olduğu stereokimyasal etkiler, polimerize olabilen grupların ve fonksiyonel grupların aktivitesini değiştirebilir. Büyük gruplar, diğer monomerlerin polimerize olabilen gruplara ulaşamamasına ve böylece iyi polimerizasyonun gecikmesine neden olabilir, buna “*sterik gecikme*” adı verilir (Oadian 2004). Metakrilat gruplar arasında mesafenin (Peutzfeldt 1997) ve monomer matriksinin esnekliğinin (Sideridou ve ark 2002) artmasıyla monomerlerin aktivitesi artmaktadır.

Hidrofilik aktivite gibi pek çok faktöre bağlı olarak, metakrilat monomerler aköz solüsyonlarda hidrolizise uğramaya eğilimlidirler. Sadece ester grupları değil, akrilatlar da hidrolize olabilir, hatta fonksiyonel monomerler de bulunan fosfat ve karboksil grupları da suda hidrolizise eğilimli olabilirler (Van Landuyt ve ark 2007).

Dental rezinlerin üretiminde en yaygın olarak kullanılan çapraz bağlanan dimetakrilatlar; Bis-GMA, TEGDMA, UDMA’lardır. Adeziv sistemlerde kullanılan monomerlerin seçimini monomerlerin su emilimine bağlı kütle artışı gibi mekanik özelliklerinin yanı sıra polimerizasyon büzülmesi, vizkozite ve reaktivite gibi özellikleri belirler (Moszner ve Ulrich 2001).

Dimetakrilatlar, vizkozite, polarite ve su çözünürlüğü, polimerizasyon büzülmesi, film formasyonu ve reaktivasyon gibi farklı özelliklere sahiptirler. BisGMA, yüksek vizkozite ve düşük su çözünürlüğüne sahip olmasına rağmen yüksek reaktivasyon gösterirken TEGDMA, su içerisinde artmış çözünürlük ve düşük vizkozite gösteren dimetakrilatlardandır (Moszner ve ark 2005).

Dimetakrilatlar adeziv sistemlerde yaygın olarak kullanılan çapraz bağlayıcılarıdır. Çapraz bağlanan polimerlerin oluşması adeziv sistemlere mekanik dayanıklılık sağlar (Sideridou ve ark 2002). Adezivlerdeki mono metakrilat monomerlerle karşılaştırıldığında, suda çözünülebilirliklerinin sınırlı olmasından dolayı genellikle hidrofobik karakterdedir. Bu özellik, polimerizasyondan sonra su emilimini azaltarak adeziv rezinin renk değiştirmesini engeller. Ancak, bazı su emilimleri polar eter bağlara veya hidroksil gruplara bağlı gelişebilir (Peutzfeldt 1997, Sideridou ve ark 2003). TEGDMA'nın su emilimi Bis-GMA ve UDMA'dan daha fazladır (Sideridou ve ark 2003). Genellikle, adeziv rezinler çapraz bağlanan monomerlerin karışımlarından, polimerize edilmemiş adeziv rezinlerin vizkozitesinin (Silikas ve Watts 2000) ve mekanik dayanıklılığının (Asmussen ve Peutzfeldt 1998, Asmussen ve Peutzfeldt 2001) belirlenmesinde rol oynayan Bis-GMA, TEGDMA ve UDMA'dan oluşur.

Rezin monomerlerin biyouyumluluğu önem taşımaktadır. Polimerizasyon sonrası artık monomerlerin tükürük içine salındığı ve rezinlerin bozulmasının ağız ortamına daha ileri derecede artık monomerlerin salınmasına neden olduğu bildirilmiştir (Engelmann ve ark 2004, Franz ve ark 2009). Pek çok monomer, özellikle dimetakrilatlar, sitotoksik etki göstermişlerdir (Geurtsen ve ark 1998a, Geurtsen ve ark 1998b, Geurtsen ve ark 1999). Ancak düşük pH'a sahip adeziv sistemlerin sitotoksikite göstermediği dentin bariyer testi ile rapor edilmiştir (Schmalz ve ark 2002).

1.4.1 Bisfenol A glikol dimetakrilat (Bis-GMA)

Bisfenol A glikol dimetakrilat (Bis-GMA), "*Bowen-rezin*" denilen sadece adezivlerde değil kompozitlerde de yaygın olarak kullanılan bir monomerdır. Bu

monomerin çekirdeği bir epoksi monomer olan Bisfenol A diglisidil eterdir. Polimerize edilmemiş Bis-GMA çok visközür. Yüksek moleküler ağırlığına bağlı olarak, Bis-GMA düşük polimerizasyon büzülmesi, hızlı sertleşme ve yüksek mekanik özellikte polimerin oluşmasını sağlar (Peutzfeldt 1997). Matriks içinde bulunan iki hacimli aromatik halka, bu monomerin rijit olmasına neden olur. Polimerize olabilen metakrilat grupları metakrilat grup eşlerini bulmakta zorlandığından, bu özellik iyon değişim oranında negatif etki yapar (Van Landuyt ve ark 2007).

1.4.2 Üretan dimetakrilat (UDMA)

Üretan dimetakrilat (UDMA), mine ve dentin adeziv sistemlerin içinde yaygın olarak bulunan aromatik halkalar içermeyen çapraz bağlayıcı dimetakrilatlardandır. UDMA, 2-hidroksietil metakrilat ve 2,4,4-trimetilheksametilenediisosiyanat reaksiyon ürünüdür. Üretan, daha az hidrofilik monomer sistemin eldesi için BisGMA'nın ikincil hidroksil gruplarının isosiyanatlarla reaksiyonu ile sentezlenir (Van Landuyt ve ark 2007).

BisGMA'ya yakın moleküler ağırlığa sahip olmasına rağmen UDMA, düşük viskoziteye sahiptir. Adezivler içinde, UDMA genellikle tektir, ya da TEGDMA-BisGMA kombinasyonları bulunur. UDMA'nın diğer monomerlerden esas farkı, UDMA'daki eter bağının, Bis-GMA'daki iki büyük aromatik halka ile karşılaştırıldığında rotasyona izin veren esnekliğidir. Bu esnekliği nedeniyle de adeziv sistemlerde tercih edilmektedir (Peutzfeldt 1997).

1.4.3 Trietilen glikol dimetakrilat (TEGDMA)

Bis-GMA ve UDMA aşırı derecede visköz olduğundan, TEGDMA viskoziteyi azaltmak için matrikse ilave edilir (Lu ve ark 2005). TEGDMA'nın yüksek esnekliği Bis-GMA'nın rijitesini kompanze eder ve rezin içinde, yüksek iyon değişim oranını sağlar (Asmussen ve Peutzfeldt 2001). Ayrıca, oluşan polimerin tensile kuvvetlerinde artış, flexural kuvvetlerinde ise azalma ile sonuçlanır (Asmussen ve Peutzfeldt 1998).

1.4.4 Hidroksietil metakrilat (HEMA)

HEMA, sadece diş hekimliğinde değil, diğer alanlarda da yaygın olarak kullanılan küçük monomerlerdendir. Medikal uygulamalarda popüler kullanımı, polimerize edilmemiş monomerlerin yüksek alerjik potansiyelinin olmasına rağmen biyouyumluluğunun iyi olmasından kaynaklanır (Geurtsen 2000, Goossens 2004, Paranjpe ve ark 2005).

Polimerize edilmemiş HEMA su, etanol ve aseton gibi yüksek çözünürlükteki sıvılar içerisinde bulunabilir. Su-HEMA karışımlarından su buharlaşabilir, ancak HEMA buharlaşmaz, böylece HEMA konsantrasyonu artar, yükselen HEMA konsantrasyonu suyun buharlaşma basıncını yükseltir, bu da kalan suyun uzaklaştırılmasını zorlaştırır (Pashley ve ark 1998).

HEMA'nın diğer bir karakteristik özelliği hidrofilik olmasıdır. Bu monomer deminerilizasyon ajanı olarak kullanılamamasına rağmen, hidrofilitesi bu monomeri iyi bir adezyon sağlayıcı yapar (Nakabayashi ve Takarada 1992, Nakabayashi ve ark 1992, Pashley ve ark 1998, Burrow ve ark 1999, Hannig ve ark 1999, Hitmi ve ark 2002). Dentinin ıslatılabilirliğini değiştirerek, HEMA bağlanma dayanımını belirgin biçimde artırır (Hasegawa ve ark 1989, Nakaoki ve ark 2000). Polimerize edilmiş ya da edilmemiş olsa da HEMA, su absorpsiyonu yapar. HEMA içeren adezivler su kontaminasyonuna açık olduklarından, polimerize edilmemiş dental adezivdeki HEMA'nın su absorpsiyonu yaparak monomerleri çözüp polimerizasyonun inhibisyonuna neden olduğu bilinmektedir (Jacobsen ve Söderholm 1995). HEMA polimerizasyon sonrası hidrofilik özelliğini koruyarak, su emilimine devam edip şişerek, polimer zinciri içinde sabitlenir (Burrow ve ark 1999). Su emiliminden başka, HEMA'nın yüksek miktarının neden olduğu esnek polimerler ile mekanik özellikleri de kötü yönde etkilenir (Tay ve Pashley 2001). PoliHEMA esas olarak esnek pöröz bir polimerdir, jel formundadır (Patel ve ark 2001, Tay ve ark 2002).

Adeziv içindeki yüksek konsantrasyondaki HEMA polimerin mekanik özelliklerini azaltan etkilere sahiptir. Ayrıca HEMA suyun, hatta alkolün buhar basıncını düşürür. Adeziv solüsyonlardan yüksek miktarlar iyi çözücülerle

buharlaşmasını sağlayabilir (Pashley ve ark 1998). Tüm metakrilatlar gibi, HEMA, özellikle düşük pH'da olduğu kadar, normal pH'da da hidrolizise yatkındır (Kazantsev ve ark 2003).

HEMA, adezivlere sadece hidrofilik özelliklerin değil çözünmeyi seven karakterinden dolayı da eklenir. Bu özellik, hidrofobik ve hidrofilik komponentleri içeren solüsyonların stabilitesini arttırır ve içeriği solüsyon içinde bir arada tutar (Van Landuyt ve ark 2005).

HEMA, insanlardan ve hayvanlardan elde edilen immün sistem hücrelerinde apoptosisi artırma gücüne sahip bir moleküldür. Hatta sağlıklı bireylerle karşılaştırıldığında hassas bireylerden alınan Periferik Tek çekirdekli kan hücrelerinde daha düşük konsantrasyonlarda apoptotik hücre ölümüne neden olabilme yeteneğine sahiptir. Bu özelliği ile alerjik reaksiyonlar oluşturduğu düşünülmektedir (Paranjpe ve ark 2005).

1.5 Artık Monomer

Polimerizasyon derecesi, polimerde sonuçlanan fiziko-mekaniksel dayanıklılık için önemli bir belirleyicidir (Ferracane ve Greener 1985, Odian 2004, Bae ve ark 2005). Restoratif adeziv ve kompozitlerde tam olarak polimerizasyonun sağlanması güçtür (Rueggeberg ve ark 1997, Pianelli ve ark 1999). Özellikle çalışma için özel olarak hazırlanmış olan farklı hidrofilik özelliklerde, farklı oranlarda ve farklı çözücü konsantrasyonlarındaki adezivlerde polimerizasyon derecesinin düşük olduğu gösterilmiştir (Nunes ve ark 2006, Cadenaro ve ark 2008). Düşük polimerizasyon miktarı, düşük mekanik dayanıklılığa, yüksek geçirgenliğe (Cadenaro ve ark 2008), daha fazla su absorpsiyonuna (Soh ve ark 2004) ve böylece daha fazla nanosızıntıya (Tay ve ark 2004), diş dokusu ile yetersiz bağlantıya (De Munck ve ark 2005), artık monomerlerin daha fazla salınmasına ve biyouyumluluğunun bozulmasına neden olur.

Rezin kompozitlerdeki polimer matriksi oluşturan monomerlerin polimerizasyonu, benzoil veya lauril peroksit, tersiyer aminler veya kamfarokinon

gibi çeşitli reaksiyon başlatıcı kimyasallar sayesinde olmaktadır (Ferracane 1994, Kömürcüoğlu ve ark 2005).

Rezin materyallerin polimerize olmamış artık monomerleri materyalden dışarıya doğru salınmaktadır. Molekülde ya da molekülün bozulma ürünlerinde ortaya çıkan bu artık monomerler hastalarda çeşitli reaksiyonlara neden olurlar. Oluşan reaksiyonların tipi; materyalin içeriğine, bozulma ürünlerine, bu maddelerin emilimine, yayılımına, biyotransformasyonuna, atılımına ve hedef dokunun ne olduğuna bağlı olarak değişir. Yapılan çalışmalar, rezin esaslı restoratif, koruyucu ve adeziv materyallerden, artık monomerlerin ve bozulma ürünlerinin salındığını göstermiştir (Al-Hiyasat ve Darmani 2005, Sideridou ve Achilias 2005, Altıntaş ve Usumez 2008, Panduric ve ark 2009).

Kalan artık monomer miktarını, materyalin kimyasal kompozisyonu, kullanılan çözücü miktarı ve çözücü konsantrasyonu, ışıkla aktive olan başlatıcıların konsantrasyonu, ışık yoğunluğu ve süresi, ortamın ısısı, ortamdaki oksijenin varlığı gibi bazı faktörler etkilemektedir (Stansbury ve Dickens 2001, Kömürcüoğlu ve ark 2005, Holmes ve ark 2007).

Artık monomerlerden kaynaklanan alerjik (Wallenhammar ve ark 2000), sitotoksik (Geurtsen ve ark 1998a, Geurtsen ve ark 1998b, Schweikl ve ark 2005), genotoksik (Heil ve ark 1996, Schweikl ve ark 2007), mutajenik (Schmalz 1998, Schweikl ve ark 2005), östrojenik etkiler (Olea ve ark 1996) ve pulpa, dişeti ve oral mukoza reaksiyonları (Souza Costa ve ark 2003) tespit edilmiştir. Adeziv sistemlerin, derin kavitelerde, pulpada enflamasyona sebep olduğu iddia edilmektedir (Souza Costa ve ark 2003). Ancak diğer taraftan, pulpa enflamasyonunun birincil nedeninin bakteri sızıntısı olduğu, çoğu adeziv sistemin ekpoze olmuş pulpa yüzeyine uygulanabilecek kadar biyouyumlu olduğu ve uygulanan adeziv sistemlerin dentin köprüsü oluşumuna izin verdiği bulunmuştur (Hafez ve ark 2000, Cox ve ark 2001, Murray ve ark 2002).

Günümüzde HEMA ve TEGDMA monomerlerini içermeyen adeziv sistemler mevcuttur, üretici firmaların bu monomerleri, adeziv sistemleri içeriğine almamaları

materyallerin biyouyumluluğunu arttırmak içindir. Biyouyumlulukta başarılı olan bu adeziv sistemlerin, küçük moleküllü hidrofilik monomerleri içermemelerinden dolayı dentine bağlantıları düşüktür (Mine ve ark 2008).

Dentinde yüzey kuruluğu kollajen fibrillerin kollapsına neden olur. Bu durumun üstesinden gelmek için HEMA içeren primer kullanılarak dentin yüzeyi nemlendirilmelidir. Adezyona olumsuz etkilerin yok olacağından bahsetmişlerdir ama biyouyumluluğu hakkında bilgi vermemişlerdir (Perdigão ve ark 1999).

HEMA'nın dentine akut sitotoksitesinin az olmasına rağmen azalmış dentin kalınlığı ve yetersiz polimerizasyon bu riski arttırmaktadır (Bouillaguet ve ark 1996). Aktive olduğunda fibriler kollajenin, elastazın ve ekstrasellüler matriksin bileşenlerinin bozulmasına yol açan, gelatinase A'nın matrix metalloproteinase-2 üzerine HEMA'nın etkisi araştırılmıştır. İnhibisyon etkisinin olup olmadığının araştırıldığı bir çalışmada, HEMA'nın çok düşük konsantrasyonlarda bile matrix metalloproteinase-2'yi inhibe ettiği görülmüştür (Carvalho ve ark 2009). Bazı çalışmalar ise, Bis-GMA ve TEGDMA'nın hem dişi, hem de erkek farelerin üreyebilme özellikleri üzerine yan etkilerinin olduğunu göstermiştir (Mariotti ve ark 1998, Darmani ve Al-Hiyasat 2005, Darmani ve Al-Hiyasat 2006). Bis-GMA'nın hidrolitik ve enzimatik bozulmasıyla, östrojenik aktivitesinin olduğu bilinen Bisfenol A'ya dönüşerek metabolize olduğu bilgileri de mevcuttur (Peutzfeldt 1997, Schafer ve ark 1999, Al-Hiyasat ve Darmani 2002). Bazı araştırmacılar Bis-GMA içeren rezinden Bisfenol A salınımıyla, Bisfenol A'nın tükürükteki varlığından bahsederken (Olea ve ark 1996, Al-Hiyasat ve ark 2004, Al-Hiyasat ve ark 2005), başka araştırmacılar salınan Bisfenol A'nın önemsiz miktarda olduğunu (Lewis ve ark 1999, Söderholm ve Mariotti 1999, Nomura ve ark 2003) savunmaktadırlar. Bazı üretici firmalar bu nedenlerden ötürü adeziv formülasyonlarından Bis-GMA'yı çıkartmışlardır.

1.6 Işık Cihazları

Görünür ışık dental rezinlerin polimerizasyonunda uzun yıllardan beri kimyasal aktivasyonun alternatifi olarak kullanılmaktadır. Işıkla sertleşen rezin esaslı

materyallerin geliştirilmesiyle birlikte, çalışma süresinin kontrol edilebilmesi, renk stabilitesinin daha iyi olması ve pörözitenin azalması sağlanmıştır. Polimerizasyonu sağlamak için ışık cihazı olarak önceleri mor ötesi ışık cihazları kullanılmış olsa da, daha güvenilir olması nedeniyle 20 yıldan fazla zamandır görünür mavi ışık veren halojen ampüllerden yararlanılmaktadır (Young ve ark 1987). Geleneksel kuartz tungsten halojen (QTH) ışık cihazlarının yanı sıra, yüksek-güçte kuartz tungsten halojen, light-emitting diode (LED), soft-start halojen ve plazma ark ışık cihazları ile lazer cihazları da diş hekimlerinin kullanımına sunulan araçlardır. Plazma ark ışık cihazları ve lazer üniteleri geleneksel QTH ışık cihazlarına göre daha yüksek güçte ışık verirler ve polimerizasyonu daha hızlı gerçekleştirirler (Jang ve ark 2009) ancak pahalı olmaları ve halen risklerinin tam olarak bilinmemesi gibi sebeplerden dolayı az tercih edilirler. Halojen lambalar düşük veya yüksek güç verebilmeleri, sürelerinin daha kolay ayarlanabilmesi, optik uçlarının daha geniş bir restorasyon yüzeyini polimerize edebilmesi, polimerizasyon sürelerinin diğer cihazlar kadar kısa olması, piyasada yaygın olarak bulunması ve fiyatlarının diğer cihazlara göre uygun olmasıyla daha avantajlı bir seçenektir (Spagnuolo ve ark 2004). LED ışık cihazları, QTH ışık cihazlarının polimerizasyon sırasında ısı oluşturmaları gibi dezavantajlarını ortadan kaldırmak için tasarlanmıştır. Zamanla QTH ışık cihazlarının LED ışık cihazlarına yerlerini bırakacağı düşünülmektedir (Van Landuyt ve ark 2007). Bu yüksek ısı oluşumu zamanla ampülün, reflektörün ve filtrenin bozulmasına yol açmaktadır. LED ışık cihazları kompozit monomerlerinin büyük bir kısmının polimerizasyonunu, tüpün ucundan yayılan ışığın dalga boyunun, kamforokinon başlatıcıların absorbe edebileceği 450-480nm spektrum aralığında olmasıyla sağlamaktadır (Mills ve ark 1999, Hofmann ve ark 2002, Tabatabaee ve ark 2009).

Polimerizasyon esnasında ışığın yoğunluğu ve ışık cihazının uzaklığı oluşan serbest monomerlerin sayısını etkileyen faktörlerdendir (Moszner ve ark 2005). Bu serbest monomerler, pulpa irritasyonuna yol açabilecek şekilde dentin tübüllerinden geçip pulpaya ulaşabilirler. Yetersiz ışık aktivasyonu ile oluşan yetersiz çapraz bağlanma bu reaksiyona girmemiş monomerlerin miktarını artırır. Bu nedenle, ışıkla polimerize olan dental materyallerin biyolojik özellikleri, kullanılan ışık cihazının özelliğiyle doğrudan ilişkilidir (Ferracane 1994, Spahl ve ark 1998).

1.7 Polimerizasyon Dereceleri Tespiti İçin Kullanılan Test Metodları

Günümüzde polimerizasyon derecesini ölçmek için birçok teknik kullanılmaktadır. Bu teknikler; (Lee ve ark 1998, Spahl ve ark 1998, Mazzaoui ve ark 2002, Schedle ve ark 2003, Spagnuolo ve ark 2004, Sideridou ve ark 2005, Nunes ve ark 2006, Viljanen ve ark 2006, Botsalı 2008, Du ve Zheng 2008)

- Ayırıcı termal analiz
- Multipl internal refleksiyon spektroskopisi (MIRS)
- UV spektrofotometre
- Lazer raman spektroskopik analiz
- Katı faz nükleer manyetik rezonans (NMR)
- Fourier transform-infrared spektroskopi (FT-IR)
- Çift bağ değişimi
- Yüzey sertliği ölçümü
- Kromatografiler
 - Gaz kromatografisi / kütle spektrometresi (GC/MS)
 - İnce tabaka kromatografisi
 - Elektro spray iyonizasyon/kütle spektrometrisi
 - Kolon kromatografisi
 - Likit kromatograf/kütle spektrometri (LC/MS)
 - Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi (HPLC)

Ancak rezin esaslı materyallerden salınan bileşiklerin analizi için en uygun yöntemler kromatografik yöntemler olarak bulunmuştur (Pulgar ve ark 2000). Kromatografi, bileşiklerden oluşan bir karışımın içindeki maddeleri ayıran bir yöntemdir. Resin esaslı maddelerden salınan komponentlerin ayırt edilebilmesi için en sık kullanılan kromatografik yöntemler HPLC ve GC/MS'dir (Sideridou ve ark 2005, Viljanen ve ark 2006). Ayırıştırma sürecinde monomerler mobil faz içerisinde çözünebildiğinden, kontrolü daha kolay sağlanır, bu nedenle HPLC, GC/MS'ye göre daha çok tercih edilir (Moharamzadeh ve ark 2007).

1.8 Kromatografi

Kromatografi, bir karışımdaki iki yada daha fazla maddenin, hareketli faz ile durgun faz arasındaki dağılıma farklılığına dayanan bir ayırma tekniğidir (Sırt ve Yılmaz 2006).

Hareketli fazın içerisinde bulunan bileşenler, durgun fazda bulunan adsorban özellikteki dolgu maddesiyle zayıf ya da güçlü bir şekilde etkileşerek alıkonurlar. Destek bir yapı durgun fazı tutar. Hareketli faz, durgun faz içerisinde karışımın ilerlemesini sağlar. Karışımdaki bileşenler, sahip oldukları yapısal özelliklere bağlı olarak durgun faz yüzeyindeki bağlanma merkezleriyle farklı şekillerde etkileşerek alıkonulurlar. Alıkonulma faktörü, herhangi bir molekülün başlangıç noktasından aldığı mesafenin, çözücünün aldığı mesafeye bölümüdür ve R_f ile ifade edilir (Sırt ve Yılmaz 2006).

$$R_f = \frac{\text{Bileşenin Uzaklığı}}{\text{Çözücünün Uzaklığı}}$$

R_f değeri maddeye özgü bir değer olduğundan aynı deneysel şartlar sağlandığında her bir maddenin R_f değeri farklıdır (Sırt ve Yılmaz 2006). Aynı zamanda bu değer karışımın bileşenlerinin sabit fazı terk etmesi için geçen süredir (Kılınç 2006, Altıntaş 2007).

Her bileşen için alıkonulma, farklı hızlarda ilerlediklerinden farklı zamanlarda ve farklı miktarlarda olur. Durgun fazdan çıkan bileşenlerin konsantrasyonları ölçülüp zamana veya mobil fazın kullanılan hacmine karşı y-ekseninde işaretlenerek “kromatogram” denilen grafikler elde edilir (Kılınç 2006, Altıntaş 2007).

Kromatografi yapılacak örnekler, gaz, likit veya katı olabileceği gibi, iki bileşenin birleşimi gibi basit kimyasallar veya çok bileşenli kompleks karışımlar da olabilir.

1.8.1 Likit Kromatografi (LC)

Uçucu olmayan organik sıvı karışımlarına uygulanır. Kalitatif ve kantitatif analizler yapılır (Sırt ve Yılmaz 2006). Hareketli faz sıvı çözücü, katı faz ise katıya absorbe edilmiş sıvı veya katıdır. Kolon kromatografisi, karışımdaki organik bileşiklerin izolasyonu için kullanılır. Bu kromatografide hareketli faz sıvı, durgun faz ise katı adsorbandır (Sırt ve Yılmaz 2006).

Likit kromatografide kullanılan çeşitli sabit fazlar, düzensiz ya da yuvarlak formu silika jellerden oluşur. Farklı zincir uzunluğunda (C8, C18) ve şekillerde fonksiyonlandırılmış silika jel türevi adsorbanlar ayırma işlemlerinde rol oynar. Silika jel yapısında bulunan polar silikat-oksijen ve oksijen-hidrojen bağları numunedeki dipollerle etkileşerek ya da uygun fonksiyonel gruplarla hidrojen bağları oluşturarak alıkonulmayı sağlar (Sırt ve Yılmaz 2006). Çözülmüş moleküller durgun fazda bulunan moleküllerle hareketli fazda bulunan moleküllerden daha güçlü bağlandıklarından kromatografik kolonda bileşenler tutunur. Dispersiv bağlar; polar bağlar (dipolar-dipolar bağlar, dipolar- indüklenmiş dipolar bağlar) ve iyonik bağlar gibi farklı tiplerde moleküler bağlardan oluşur (Scott 2003).

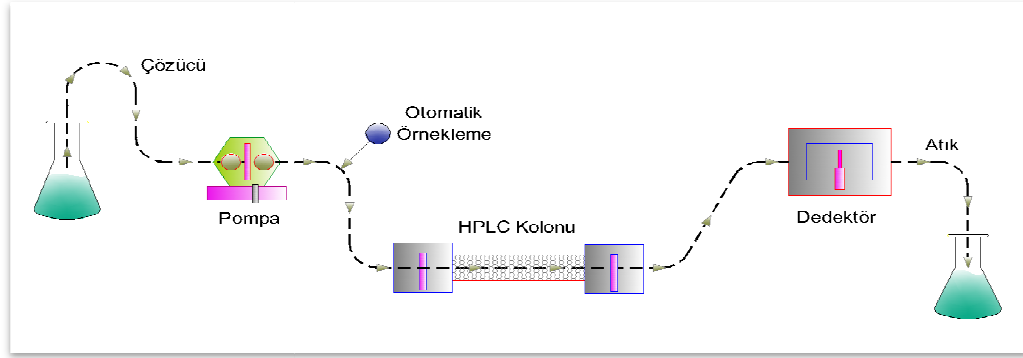
1.8.2 Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi (High-pressure liquid chromatography, HPLC)

Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi kısaca HPLC olarak adlandırılır. Yüksek performans; yüksek çözünürlüklü hızlı ayrılmayı ifade eder. Yüksek performans çok küçük çaplı kolon dolgu maddelerinde bant genişlemesini azaltır ve daha dar pikler elde edilir. Küçük çaplı dolgu maddeleri kullanıldığında, kolon boyunca hareketli fazın ilerlemesini sağlamak için yüksek basınç gereklidir. Bu nedenle HPLC, yüksek basınçlı sıvı kromatografisi olarak da adlandırılır (Huber ve Majors 2004).

Günümüzde HPLC cihazı, ilaç-bilim, gıda, çevre ve endüstriyel ürün sektöründe, örnekler içerisindeki inorganik ve organik çözünen maddeleri ayırmak ve tanımlamak amacıyla kullanılmaktadır (Huber ve Majors 2004). Rezin esaslı

materyallerden salınan artık monomerlerin miktarının belirlenmesinde Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi kullanılmaktadır (Çizelge 1.1).

HPLC sisteminde pompa, kolon fırını, kolon, dedektör, oto örnekleyci, çözücü degazzeri, kolon vanası bulunmaktadır (Şekil 1.1).



Şekil 1.1 HPLC sisteminin parçaları ve çalışma şekli.

Modern HPLC’de, çok küçük partiküller kullanıldığından likit kromatografi pompaları 10000 psi yada en düşük 6000 psi basınçta hassas ve güvenilir çalışabilmelidir. HPLC’de kullanılan pompalar, bu basınç değerlerinde, çok çeşitli çözücülerin çalışabilmesi için genellikle safir toplara bağlı pistonlara, vanalara, paslanmaz çelik silindirlere ve yuvalara sahiptir. Analitik ölçümler için, HPLC pompalarının 0 ile 10 ml/dk arasında değişen akış oranları olmalıdır (Huber ve Majors 2004).

Kolon, maddenin hareketli fazdan daha çok sabit faz ile etkileşimine göre maddeyi alıkoyar. HPLC kolonları genellikle çapları birkaç mikron olan partiküllerden oluşur. Bu çok küçük ince partiküllerin düşük dağılımlarda bile yüksek yüzey kapasitesi sergilemesi gerekir. Yeni sistemler artık partiküller içermemektedir. Kolonlar karışım ve durgun faz arasında, karışım ve hareketli faz arasında moleküller arası farklı kuvvetler etkileyerek ayırma yapmayı başarır. Kolon HPLC cihazında sabit faz oluşturur ve kolon fırını içinde yer alır (Huber ve Majors 2004).

Örnekleme vanaları, pompa ve HPLC arasına yerleştirilmiştir. Bu nedenle HPLC örnekleme vanalarının 10.000 psi basınca kadar dayanıklı olmaları beklenir. Analitik HPLC ölçümleri için örnek hacmi birkaç mikro litre iken, hazırlık HPLC ölçümleri için numune hacmi 10 ml veya daha büyük olabileceğinden, vananın bu çeşitliliğe uyum göstermesi gerekir. Sistemin verimliliğini sağlamak için örnekleme vanası çok düşük dispersiyon özelliğinde tasarlanmış olmalıdır (Huber ve Majors 2004). HPLC cihazında, degazzer, hareketli faz içinde çözünmüş haldeki gazın uzaklaştırılmasını sağlayan kısımdır.

Kolonun çıkışında bulunan dedektörler, yayılan ışığın dalga boyunu absorbe ederek maddenin geçtiği hızı ölçer. HPLC’de yaygın olarak kullanılan Diode Array Dedektör (DAD) hassasiyet açısından değişken dalga boylu UV dedektörlere benzer. Ancak DAD, elde edilen spektrumu kullanılarak madde tanınması da gerçekleştirir. Ayrıca DAD elde edilen piklerin saflığı hakkında da bilgi verir (Huber ve Majors 2004).

1.8.3 Artık monomerlerin HPLC ile Analizi

Absorbsiyon yoğunluğu bilgisayarda “*kromatograf*” denilen zaman-fonksiyon grafiğini oluşturur. Maddenin varlığı ve eriğiğinin dedektörün yer aldığı kolonun çıkışına ulaştığı an olan alıkonulma zamanı (R_f) “*pik*”olarak adlandırılır (Camões ve ark 2004).

HPLC analizi aşamaları, analiz edilecek numunenin farklı konsantrasyonlarda standart çözeltilerinin hazırlanması ile başlar. Hazırlanan standart çözeltiler, HPLC kolonuna enjekte edilerek, yüksek basınç ile hareketli faz sıvısı kolondan pompa yardımı ile geçirilir. Bileşenler, kolondaki alıkonulma sürelerine göre birbirlerinden ayrılır ve her konsantrasyon için pik yüksekliği ya da alanı belirlenir. Daha sonra pik yüksekliğine ya da alanına karşılık gelen konsantrasyon grafiği çizilir. Analizi yapılacak olan numune kolona enjekte edilerek, pik yüksekliği ya da alanı uygun bir dedektör ile belirlenir. Kalibrasyon grafiği kullanılarak analiz edilen örneğin konsantrasyonu belirlenir (Altıntaş 2007, Botsalı 2008).

Literatürde farklı çözücüler içerisinde polimerizasyondan sonra kalan artık monomerlerin farklı ayrılma yöntemleri tanımlanmıştır (Çizelge 1.1).

1.9 Salınım Sıvısı ve Süresi

Literatürde reaksiyona girmemiş monomerlerin tamamen salınımı için gerekli süre hakkında çelişkili düşünceler vardır (Ferracane 1994, Hamid ve Hume 1997, Moharamzadeh ve ark 2007). Artık monomer salınımının tamamlanmasının 1-7 gün içerisinde gerçekleştiği vurgulanmıştır (Tanaka ve ark 1991). Buna karşın bazı araştırma sonuçlarında ise salınımın tamamlanması için 30 gün gerektiği belirtilmiştir (Ferracane 1994). Genel olarak rezinlerin, pulpa ve diğer oral dokular için reaksiyona girmemiş uzun süreli monomer cihazı olduğu konusunda bilgiler vardır. Bunun sebebi olarak rezin materyalinin organik çözücülerle satüre olmasının haftalar, hatta aylar sürmesi gösterilmektedir (Ferracane 1994).

Ancak salınım süresi kadar salınım sıvılarının çeşitliliği de çok önemlidir. Restoratif dental materyallerinin sitotoksitesinin araştırılmasında pek çok farklı salınım sıvısı kullanılmıştır (Çizelge 1.1). Bunlar; basitten karmaşığa doğru distile su, serum fizyolojik, etanol, metanol, aseton ve etanol eklenmiş serum fizyolojik, yapay tükürük ve hücre kültürü mediumudur. Sıvıların bileşen sayısı arttıkça bu pikleri ayırmak ve pikleri adlandırmak zorlaşmaktadır.

Tao ve Pashley (1988) ve Pashley ve ark (1995) in vivo koşulları en iyi taklit etmenin yolunun pulpa odasını su, serum fizyolojik ya da plazmanın 1:3 oranında serum fizyolojik içerisindeki çözeltisiyle doldurulması olduğunu rapor etmişlerdir.

Distile su kullanarak HPLC çalışması yapan ilk araştırmacılar kompozit rezinden salınan formaldehiti tespit etmeye çalışmışlardır (Øysæd ve ark 1988). Daha sonra pek çok araştırmacı da distile suyu, salınım sıvısı olarak kullanmaya devam etmişlerdir (Hamid ve Hume 1997, Çetingüç ve ark 2007, Moharamzadeh ve ark 2007, Finer ve Santerre 2007).

Çizelge 1.1 Literatürde artık monomer ölçümü için kullanılan yöntemler ve salınım sıvıları.

Literatür	Yöntem	Salınım sıvısı	Monomerler
Øysæd ve ark 1988	HPLC	Distile su	Formaldehit
Hamid ve Hume 1997	HPLC	Distile su	HEMA, TEGDMA
Geurtsen ve ark 1999	GC/MS	De-iyonize su	HEMA, EGDMA, TEGDMA
Silikas ve Watts 2000	HPLC	Methanol	4-META, HEMA, MMA, HPMA, TEGDMA, UDMA, BisGMA
Gioka ve ark 2005	Infrared spectroscopy	normal saline	BisGMA, TEGDMA
Al-Hiyasat ve ark 2005	HPLC	Kültür mediumu	BisGMA, TEGDMA, UDMA, BisEMA, Bisphenol A
Sideridou ve Achilias 2005	HPLC	Etanol	BISGMA, TEGDMA, UDMA, Bis-EMA
Sideridou ve ark 2005	HPLC	Etanol	BisGMA, TEGDMA, UDMA, BisEMA
Viljanen ve ark 2006	HPLC, GC/MS	Metanol	MMA, AAEM, BDDMA
Çetingüç ve ark 2007	HPLC	Distile su	HEMA
Moharamzadeh ve ark 2007	HPLC	Distile su, Fizyolojik Serum, serumsuz DMEM, %10'luk yeni doğan sığır serum ile DMEM, Yapay tükürük	BisGMA, UDMA, TEGDMA
Polydorou ve ark 2007	LC-MS/MS	Etanol	BISGMA, TEGDMA, MA
Finer ve Santerre 2007	HPLC/ UV Spektroskopi, MS	Distile su	BISGMA, TEGDMA, MA, BisHPPP
Altıntaş 2007	HPLC	Etanol	BISGMA, TEGDMA, UDMA
Polydorou ve ark 2009	LC-MS/MS	Etanol	BisGMA, TEGDMA
Panduric ve ark 2009	HPLC	Etanol	HEMA

Pek çok araştırmacı artık monomerler için etanol, metanol gibi salınım sıvısı tercih etmişlerdir (Sideridou ve Achilias 2005, Sideridou ve ark 2005, Viljanen ve

ark 2006, Polydorou ve ark 2007, Altıntaş 2007, Panduric ve ark 2009). Etanol/su karışımının %75'lik konsantrasyonu, materyalin matriksine penetre olup polimer zincirleri arasındaki mesafeleri daha da genişletir (Ferracane 1994). Böylece artık monomerlerin açığa çıkmasına ve ortam içerisine salınmasına sebep olur (Geurtsen 1998, Altıntaş 2007).

Salınım süreleri ve salınım sıvılarının çeşitliliği çalışmalarda sonucunu etkilemektedir. Örneğin, TEGDMA, serum içeren salınım sıvılarında 7 gün gibi uzun süre bekletilmesinden sonra HPLC ile belirlenememektedir (Moharamzadeh ve ark 2007).

Farklı bölgelerde dentin geçirgenliğinin araştırıldığı bir çalışmada perfüzyon sıvısı ile dentin geçirgenliği arasında güçlü bir korelasyon gözlenmiştir. Sulandırılmış sığır serumu kullanıldığında geçirgenliğin çok az olduğu bu nedenle dentin sıvısı olarak in vitro kullanıma uygun olmadığı bildirilmiştir (Özok ve ark 2002).

TEGDMA'nın, 30 ve 100 günlük örnekleme süreleri arasında tespit edilmesine rağmen, salınımın büyük bir kısmının ilk 10 günde tamamlandığı savunulmuştur. Ayrıca TEGDMA'nın yüksek oranlarda salınım örneklerinin ilk hazırlandığı 0-4 dakika arasında görüldüğü rapor edilmiştir (Hume ve Gerzina 1996).

2. GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışma için, Etik Kurulun 30.11.2007 tarihinde yapılan 2007 / 17-1 sayılı toplantısında oy birliği ile kabul raporu alındı. Çalışmanın farklı kalınlıklardaki dentin disklerinin hazırlanma aşaması Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Araştırma Merkezi Laboratuvarında, pulpa basıncını taklit eden düzeneğin hazırlanması, test adeziv sistem materyallerinin uygulanması, farklı iki ışık cihazları ile polimerizasyonu, numunelerin toplanması ve saklanması aşamaları ise laboratuvarda yapıldı. Artık monomer miktarının belirlenmesinde Selçuk Üniversitesi Eğitim Fakültesi Organik Kimya Araştırma laboratuvarında bulunan Agilent 1100 HPLC sistemi kullanıldı.

Bu tez çalışmasında laboratuvar çalışmaları beş aşamada yürütülmüştür:

- Dentin Disklerinin Hazırlanması
- Pulpa Basıncını Taklit Eden Düzeneğin Hazırlanması ve Çalıştırılması
- Adeziv Sistemlerin Uygulanması ve Polimerizasyonu
- Numunelerin Toplanması ve Saklanması
- HPLC Sisteminde Artık Monomer Miktarının Belirlenmesi

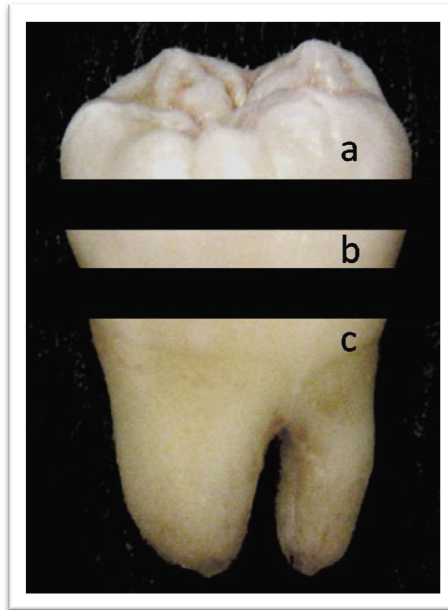
2.1 Dentin Disklerinin Hazırlanması

Dentin diskleri; 240 adet çürük ve çatlak içermeyen, periodontal veya ortodontik nedenlerle çekilmiş, kök oluşumu tamamlanmış, 25-45 yaşları arasındaki hastalardan çekilmiş molar dişlerden, her dişten bir dentin diski olacak şekilde elde edildi. Dişler, üzerinden doku artıkları ve eklentileri uzaklaştırıldıktan sonra çalışma için kullanılıncaya kadar distile su içerisinde +4°C'de bekletildi. Dişlerin okluzal kısımları su altında düşük hızla çalışan elmas separe (Isomet, Buhler Ltd., Lake Bluff, IL, ABD) (Resim 2.1) kullanılarak, diş yüzeyinde mine dokusu kalmayacak şekilde dişin meziodistal aksına paralel olarak uzaklaştırıldı. Dentin diskleri yine su altında düşük hızla çalışan elmas separe ile dentinin pulpaya bakan kısmından elde edildi.



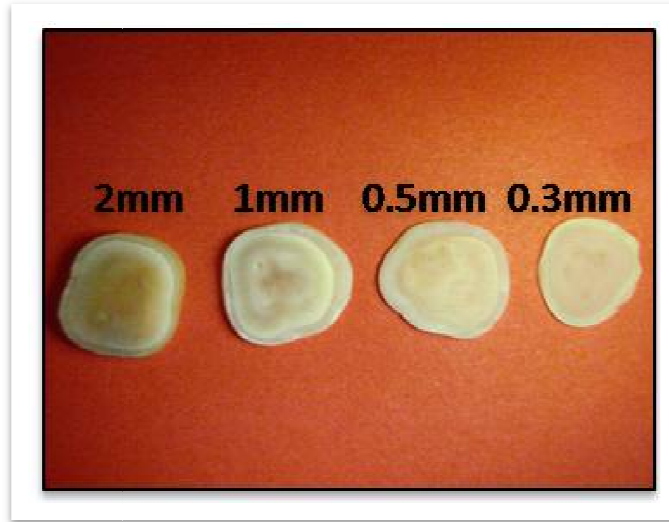
Resim 2.1 Dentin disklerinin elde edilmesinde kullanılan cihaz ve kesme işlemi.

Böylece dentin diskleri, dentinin pulpaya bakan bölgesinden oklüzale doğru, dentin kanallarının en geniş olduğu pulpaya en yakın bölgeden elde edilmiş oldu (Resim 2.2).



Resim 2.2 Çalışmada kullanılan dentin disklerinin elde edildiği bölgeler a: İlk keside çıkartılan okluzal kısım b:Elde edilen dentin diski c: Kök bölgesi.

Otuz gauge ($\approx 0,306\text{mm}$) çapında perforasyonlu 0.3mm, perforasyonsuz 0.5mm, 1mm, 2mm kalınlıklarında dentin diskleri elde edildi (Resim 2.3).



Resim 2.3 Çalışmada kullanılan farklı kalınlıklardaki dentin diskleri.

Dentin disklerin kalınlıkları dijital mikrometre ile ölçülüp doğrulandı. İlgili kalınlıkların $\pm 0,05\text{mm}$ sınırları içerisinde olan dentin diskleri kabul edildi, standart dışı olanlar elendi. Perforasyon, 30 gauge (çap= 0,306mm) enjeksiyon iğnesi kullanılarak 0,3mm kalınlıktaki dentin disklerinde rotasyon ile oluşturuldu. Her bir perforasyon alanı mercek altında incelendi. Dentin disklerinin pulpaya bakan yüzeylerinden smear tabakasını uzaklaştırmak için diskler 30 saniye %50'lik sitrik asitle muamele edildi. Diskler iki kez distile su ile yıkandı. Dentin diskleri pulpa basıncını taklit eden düzeneğe sabitleninceye kadar $+4^{\circ}\text{C}$ 'de distile suda bekletildi. Uygulanan adeziv sistemlere ve kullanılan ışık cihazlarına göre dentin diskleri rastgele 24 gruba ayrıldı (n=10) (Çizelge 2.1).

Çizelge 2.1. Dentin disk grupları (n=10).

Dentin Kalınlığı	Adeziv Sistem	Işık Cihazı	Etiket	Grup	n	TOPLAM
2 mm	Clearfil™ S ³ Bond	QTH	1110	1	10	60
		LED	2110	2	10	
	XP Bond™	QTH	1120	3	10	
		LED	2120	4	10	
	Adper SE Plus Bond	QTH	1130	5	10	
		LED	2130	6	10	
1 mm	Clearfil™ S ³ Bond	QTH	1210	7	10	60
		LED	2210	8	10	
	XP Bond™	QTH	1220	9	10	
		LED	2220	10	10	
	Adper SE Plus Bond	QTH	1230	11	10	

		LED	2230	12	10	
0,5 mm	Clearfil™ S ³ Bond	QTH	1310	13	10	60
		LED	2310	14	10	
	XP Bond™	QTH	1320	15	10	
		LED	2320	16	10	
	Adper SE Plus Bond	QTH	1330	17	10	
		LED	2330	18	10	
0,3 mm	Clearfil™ S ³ Bond	QTH	1410	19	10	60
		LED	2410	20	10	
	XP Bond™	QTH	1420	21	10	
		LED	2420	22	10	
	Adper SE Plus Bond	QTH	1430	23	10	
		LED	2430	24	10	
TOPLAM						240

Gruplarda karışıklığı önlemek için bir etiketleme sistemi oluşturuldu. Böylece 2 farklı ışık cihazı, 4 farklı dentin kalınlığı, 3 farklı adeziv sistem ve 4 farklı zaman kombinasyonları grafik ve çizelgelerde ifade edilebildi (Çizelge 2.1). Bu etiketleme sistemi özetle;

- QTH ışık cihazı için binler basamağı 1, LED ışık cihazı için binler basamağı 2 (1000, 2000)
- İki mm dentin kalınlığı için yüzler basamağı 1, 1mm dentin kalınlığı için yüzler basamağı 2, 0.5mm dentin kalınlığı için yüzler basamağı 3, 0.3mm dentin kalınlığı için yüzler basamağı 4 (100, 200, 300, 400)
- Clearfil™ S³ Bond adeziv sistemi için onlar basamağı 1, XP Bond™ adeziv sistemi için onlar basamağı 2, Adper SE Plus Bond adeziv sistemi için onlar basamağı 3 (10, 20, 30)
- Üç dakika zaman aralığı için birler basamağı 0, 24 saat zaman aralığı için birler basamağı 1, 7 gün zaman aralığı için birler basamağı 2, 30 gün zaman aralığı için birler basamağı 3 (0, 1, 2, 3) olacak şekildedir.

Örnekler;

LED ışık cihazı, 2mm dentin kalınlığı, XP Bond™, 3 dakika = 2120

QTH ışık cihazı, 0.3mm dentin kalınlığı, Clearfil™ S³ Bond, 7 gün = 1412'dir.

2.2 Pulpa Basıncını Taklit Eden Düzeneğinin Hazırlanması ve Çalıştırılması

Her dentin diski 22 cm uzunluğunda yarı şeffaf renkte silikon hortumların* (VMQ, FK151090, D&N, Berlin, Almanya) ucuna sirkolant mum ile yapıştırılarak sızdırmaz şekilde sabitlendi (Resim 2.4). Sisteme eklenen her bir diş, distile su içerisinde oda sıcaklığında bekletildi.



Resim 2.4 Dentin disklerinin silikon hortumların uçlarına mum ile sabitlenmesi.

Dentin diskleri yapıştırılmış silikon hortumların içerisine, mikropipet (Transferpette S, Brand, Wertheim, ALMANYA) (Resim 2.5) yardımıyla 4 mL distile su (Distilled Water for HPLC, Sigma Aldrich, St. Louis, MO, ABD) (Resim 2.6) eklendi.

* Chargen-Nr. 200045215/7, Cytotoxicity ISO 10993-1, Eur. Pharm.; DAP;BFR XV (İç çap=7mm, Et kalınlığı=3mm, Dış çap=13mm)

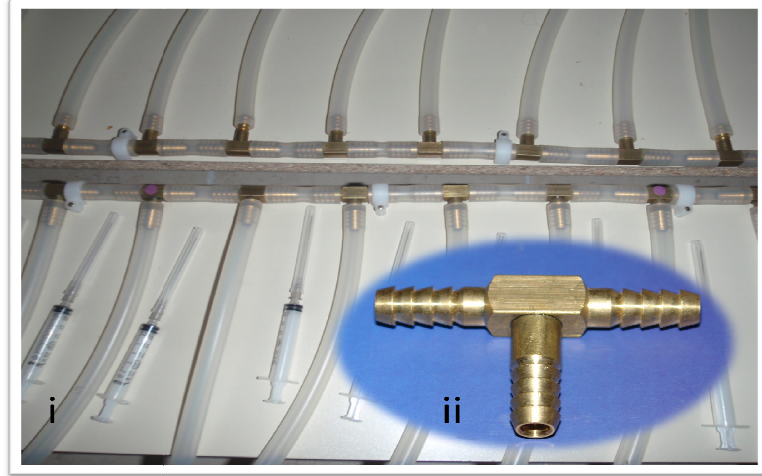


Resim 2.5 Çalışmada kullanılan 1-10 mL'lık mikropipet.



Resim 2.6 HPLC için özel distile su.

Pulpa basıncını her dentin diskine eşit iletebilmek için 60 adet 22 cm uzunluğundaki silikon hortumlar, birbirlerine pnömatik 1/8'lik "T" şekilli döküm metaller yardımıyla bağlandı (Resim 2.7).



Resim 2.7 Dentin diski sabitlenmiş silikon hortumların birbirlerine “T” şekilli 1/8’lik döküm metal ile bağlanmış hali.

Pulpa basıncını taklit etmek amacıyla bu hazırlanan düzenek ayarlanabilir hava basınç düğmesine ve 4 çıkışı olan dakikada toplam 8 litre hava pompalayabilen akvaryum hava kompresörüne * bağlandı (Resim 2.8).



Resim 2.8 Basıncı ayarlanabilir akvaryum kompresörü.

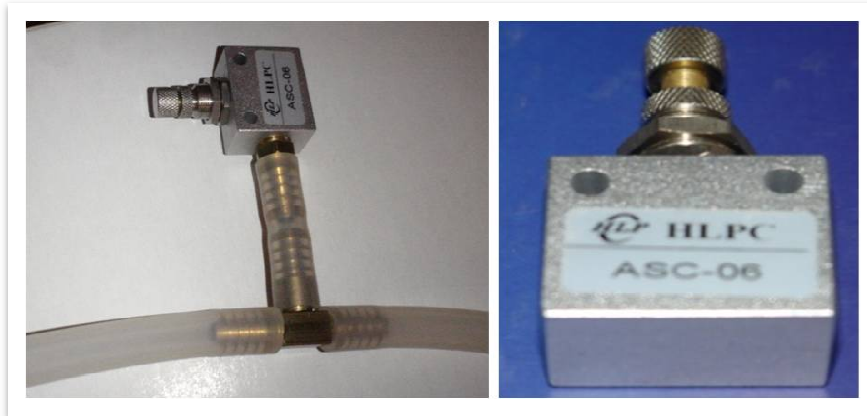
* Aquarium Air Pump, Erfjfr, ÇİN (220-240V, 8W, 4X2lt/dk)

Düzeneğin başına ve sonuna 15 ± 2 cm H_2O pulpa basıncını kontrol edebilmek için “U” manometreler yerleştirildi (Resim 2.9). Böylece dentin disklerinin standart basınç altında distile su ile teması sağlandı.



Resim 2.9 Düzeneğin başında ve sonunda kullanılan kontrol “U” manometreleri ve “U” manometresinin şematik çizimi.

Hava kompresörünün düzeneğe fazla basınç uygulamasını, hava kaçıışı sağlayarak önlemek için her düzenek sonuna 1/8’lik debi ayar vanası (Resim 2.10) koyularak basınç ayarlamaları yapıldı.



Resim 2.10 Çalışmada kullanılan debi ayar vanası ve düzeneğe eklenmiş hali.

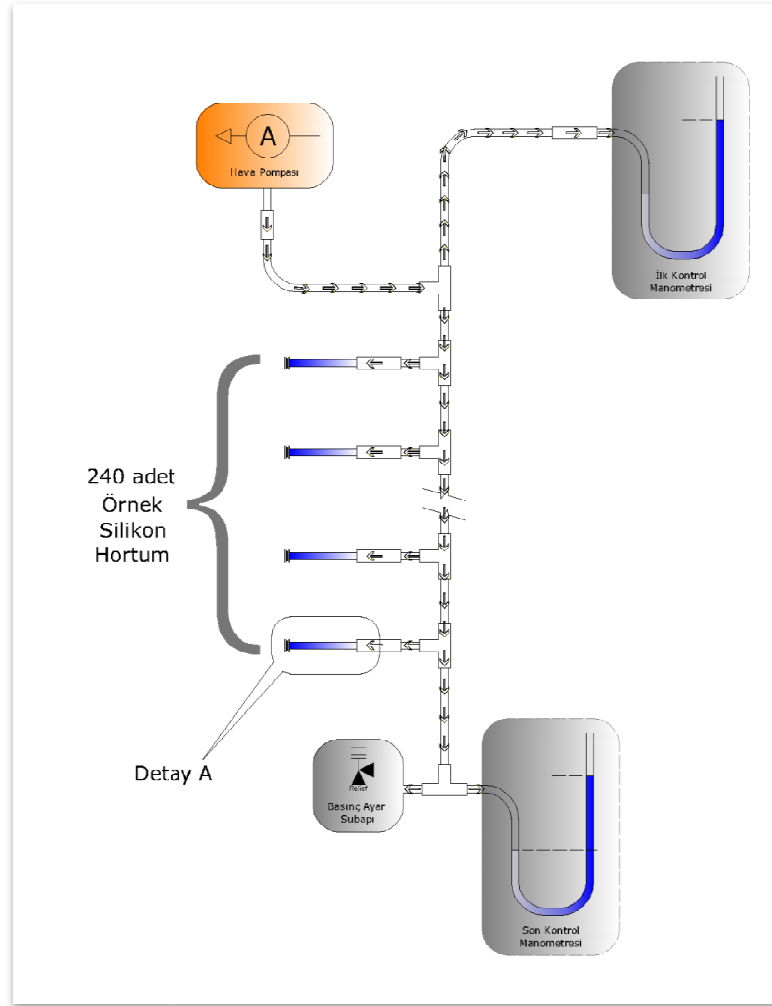
Her düzenek, silikon hortumlara bağlanmış 60 adet dentin diskinden, düzeneğin başında ve sonunda olmak üzere toplam 2 adet manometreden

oluřturuldu. Bu d zenekten 4 adet yapılarak toplam 240  rneęin standart olarak aynı anda test edilebilmesi saęlandı. D zeneęin genel fotoęrafı (Resim 2.11), genel řematik  izimi řekil 2.1’de, materyal uygulanmıř b lgenin ayrıntılı řematik  izimi řekil 2.2’de g r lmektedir.

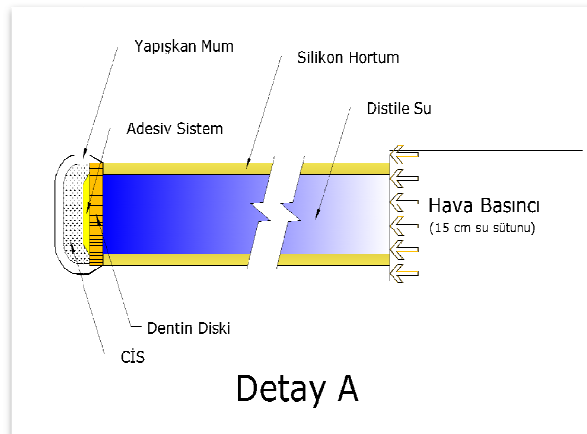


Resim 2.11 Pulpa basıncı test d zeneęi genel g r nt s .

Pulpa basıncı test d zeneęi *in vivo* kořulları taklit edecek řekilde hazırlandı. Her bir dentin diski yapıřtırıldıktan sonra 30 g n boyunca hava kompres r  a ıldı. Basınc  minimum d zeyde tutularak dentin diskleri ile distile suyun teması saęlandı. Dentin diskleri ve hava basıncı arasında kalan 4 mL distile suyun bir dięer dentin diskinin suyu ile karıřmadıęından emin olunduktan sonra dentin diski y zeyleri materyal uygulamasına hazır hale getirildi.



Şekil 2.1 Test düzeneğinin şematik görüntüsü.



Şekil 2.2 Materyal uygulanan yüzeyin ayrıntılı şematik görüntüsü.

2.3 Adeziv Sistemlerin Uygulanması ve Polimerizasyonu

Bu çalışmada diş sert dokularına self-etch olarak bağlanabilen Clearfil™ S³ Bond, XP Bond™, Adper SE Plus Bond olmak üzere 3 farklı adeziv sistem uygulandı (Çizelge 2.2, Resim 2.12).

Çizelge 2.2 Kullanılan adeziv sistemlerin adı, üretici firmaları, içerikleri, pH ve lot numaraları.

Adı ve Üretici Firması	İçerik	pH	Lot No
Clearfil™ S³ Bond, Kuraray, Osaka, JAPONYA	• BisGMA %15-35 • HEMA %15-35 • Etanol % <20 • MDP • Koloidal silika • dl-CQ • Su • Reaksiyon başlatıcılar ve hızlandırıcılar	2.7	00088A
XP Bond™, Dentsply, PA, ABD	• HEMA % 40 • UDMA %10 • TEGDMA %10 • Butil alkol %30 • PENTA %20 • TCB resin %10 • PENTA • CQ, DMABE • Butylated benzenediol (stabilizer) • tert-Butanol	~2.1	0703002776
Adper SE Plus Bond, 3M Espe, St.Paul, MN, ABD	Su % 70-80 HEMA %10-20 • Zirkonya %15 – 25 • TEGDMA %15 - 25 • Di- hema fosfatları %10 - 15 • Mono hema fosfat %5 - 10 • Metakrilat Pirofosfatları Karışım %5-10 • Tri hema fosfat < 3 • Fosforik asitler-6-Metakrylocy-Karışım %5-10 • Hegzylesters • 1,6-hegzanediol dimetacrylate < 4 • UDMA %1 – 10 • TMPTMA %5-15	-	Adper SE A: 7AH Adper SE B: 7AG

	- Ethyl 4-dimethyl aminobenzoate < 2 - DL-CQ < 2		
--	---	--	--



Resim 2.12 Çalışmada kullanılan adeziv sistemler soldan sağa sırasıyla (i) Clearfil™ S³ Bond (ii) XP Bond™ (iii) Adper SE Plus Bond.

Adeziv sistemler üretici firmanın önerilerine uygun olarak (Çizelge 2.3) laboratuvar ortamında düzeneğe sabitlenmiş dentin diskleri üzerine uygulandı. Ancak 0.3mm ve 0.5 mm kalınlıktaki dentin diskler üzerine adeziv sistemler uygulanırken hava kompresörünün basıncı minimum tutuldu. Adeziv sistemler uygulandıktan sonra basınç 15 ± 2 cm H₂O olacak şekilde açıldı.

Çizelge 2.3 Kullanılan adeziv sistemlerin tipi ve uygulama prosedürü.

Adeziv Sistem	Tipi	Uygulama Prosedürü
Clearfil™ S ³ Bond	Self-etch Sistem (Tek basamaklı)	Bonding rezin 20 saniye dentin diski üzerine uygulanır Beş saniye yüksek basınçlı hava ile bonding rezin inceltilir Bonding rezin 10 saniye ışıkla polimerize edilir
XP Bond™	Self-etch Sistem (Tek basamaklı)	Bonding rezin 20 saniye dentin diski üzerine uygulanır Beş saniye hava ile çözücü buharlaştırılır Bonding rezin 10 saniye ışıkla polimerize edilir
Adper SE Plus Bond	Self-etch Sistem (İki basamaklı)	Adper SE Plus A dentin yüzeyine uygulanır Adper SE Plus B fırça ile dentin yüzeyine uygulanır ve Adper SE Plus A'nın uygulamasından kalan kırmızı renk kaybolur On saniye hava ile kurutarak parlak dentin yüzeyi elde edilir Adper SE Plus B tekrar uygulanır Bonding rezin hava ile inceltilir Bonding rezin 10 saniye ışıkla polimerize edilir

Adezivlerin polimerizasyonda 2 farklı ışık cihazı Quartz Tungsten Halojen (QTH) ve Light Emitting Diode (LED) ışık cihazları kullanıldı (Çizelge 2.4).

Çizelge 2.4 Çalışmada kullanılan ışık cihazları, üretici firmaları, dalga boyları ve ışık güçleri.

Işık Cihazı	Üretici Firma	Dalga Boyu	Işık Gücü
Quartz tungsten halojen (QTH)	Hilux Optimax, Benlioğlu Dental Inc, Ankara, TÜRKİYE	400-500nm	400mW/cm ²
Light-emitting diode (LED)	Elipar FreeLight 2, 3M ESPE, St. Paul, MN, ABD	430-480nm	1000mW/cm ²

Adeziv sistemlerinin standart polimerizasyonlarının sağlanabilmesi amacıyla kullanılan QTH ışık cihazlarının ışık gücü her uygulamadan önce ışık gücünü 1000mW/ cm²'ye kadar ölçebilen, Curing Light Meter (CM 300, Dentoid, UK) ile ölçüldü (Resim 2.13).



Resim 2.13 Çalışmada kullanılan Curing Light Meter.

Adeziv uygulanmış ve polimerize edilmiş yüzeyler üzerine restoratif materyal olarak metakrilat monomer içermeyen geleneksel bir cam iyonomer siman (Ionofil U, VOCO, Cuxhaven, Almanya) uygulandı (Resim 2.14, Çizelge 2.5).



Resim 2.14 Çalışmada kullanılan geleneksel cam iyonomer siman.

Çizelge 2.5 Kullanılan restoratif materyalin tipi, üretici firması ve lot numarası.

Restoratif Materyal	Tipi	Üretici Firma	Lot Numarası
Ionofil U	Geleneksel Cam İyonomer Siman	Voco, Cuxhaven, ALMANYA	Toz: 570757 Likit: 560460

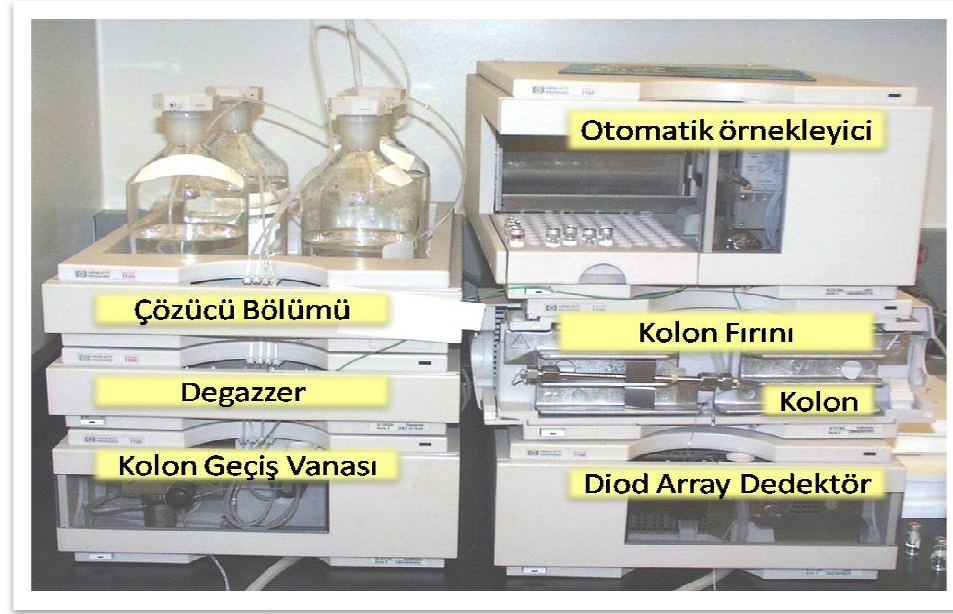
2.4 Numunelerin Toplanması ve Saklanması

Düzenekten 3 dakika, 24 saat, 7 gün ve 30 gün sonraki zaman aralıklarında 2.5ml'lik plastik enjektörler (Ayset Enjektör San Aş, Adana, Türkiye) ile 1 mL'lik numuneler basınç altında toplandı. Oto örnekleyici ile uyumlu amber renkli 12mm x 32 mm (1.8 mL) boyutlarındaki screw viallere (CPS-100, A.I.M., CA, ABD) aktarıldı. Viallerin ağzı otomatik örnekleyicinin çalışmasına izin verecek teflon kaplı kauçuk (PTFE/SIL Septum, A.I.M., CA, ABD) girişli polipropilen kapaklarla (Screw Cap, A.I.M., CA, ABD) kapatıldı ve etiketlendi. Buzdolabında +4°C'de ışık geçirmeyen karton bir kutu içerisinde ölçüm gününe kadar saklandı. Amber renkli vialler depolama süresince numuneleri güneş ışığından korudu.

2.5 HPLC Sisteminde Artık Monomer Miktarının Belirlenmesi

Çalışmanın bu aşamasında pulpa basıncı altında polimerizasyon sonrası adeziv sistemlerden salınan reaksiyona girmemiş monomerlerin miktarı araştırıldı. Reaksiyona girmemiş monomerlerin miktarının tespiti için Selçuk Üniversitesi

Eğitim Fakültesi Organik Kimya laboratuvarında bulunan “Agilent 1100 HPLC” (Agilent Technologies, Santa Clara, CA, ABD) sistemi kullanıldı (Resim 2.15). Bu HPLC cihazı; pompa, Diod array dedektör (DAD), kolon fırını, enjektör, bilgisayar yazılımı bağlantılı modüler ünitelerden oluşmaktadır.

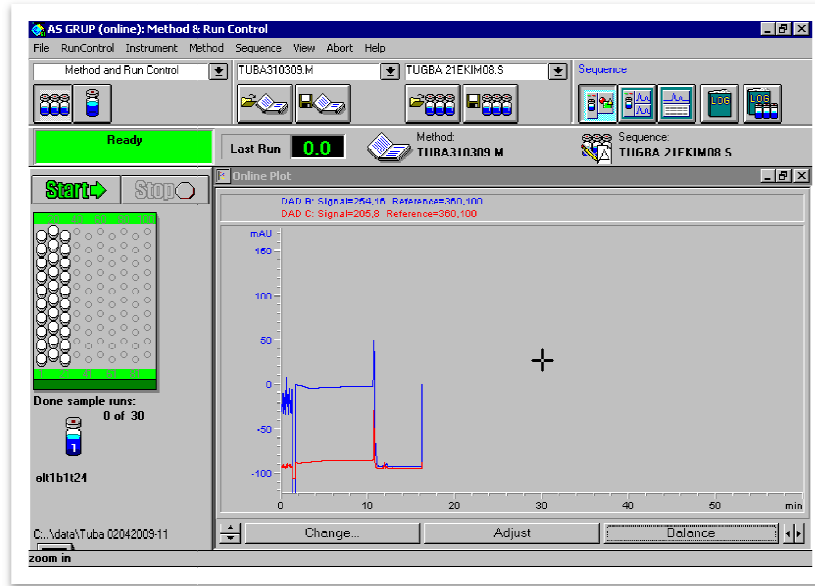


Resim 2.15 Agilent 1100 Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi (HPLC)

Kullanılan C18 ters faz analitik kolonun (Supelco SUPELCOSIL™, Bellefonte, PA, ABD) boyutları 25 cm × 4.6 mm, partikül büyüklüğü 5 µm'dir (Resim 2.16). Kullanılan bilgisayar yazılımı “Chem Station for LC 3D” ’den (Agilent Technologies, Santa Clara, CA, ABD) analiz esnasında alınmış örnek görüntü Resim 2.17’de verilmiştir.



Resim 2.16 Çalışmada kullanılan C 18 kolon (Botsali 2008).

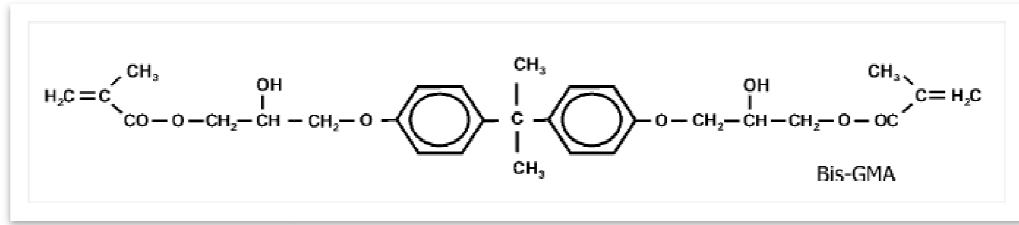


Resim 2.17 Kullanılan bilgisayar yazılımından analiz esnasında alınmış görüntü

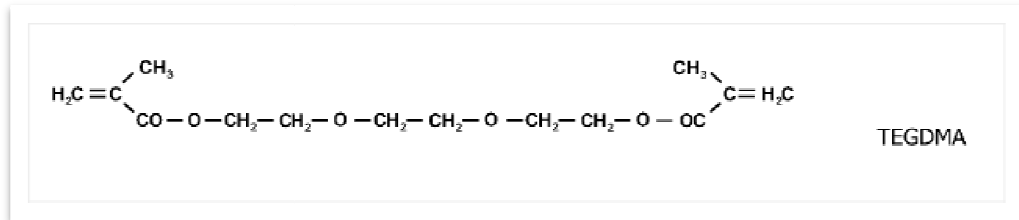
Araştırmada Bis-GMA (Bisfenol A glikol dimetakrilat) (Şekil 2.3), TEGDMA (Trietilen glikol dimetakrilat) (Şekil 2.4), HEMA (Hidroksietilmetakrilat) (Şekil 2.5) ve UDMA (Üretan dimetakrilat) (Şekil 2.6) monomerlerine ait saf kimyasallar kullanıldı (Resim 2.18). Standart olarak kullanılan monomerlere ait kimyasallar hakkında genel bilgiler çizelgede verildi (Çizelge 2.6). Örnekler HPLC ölçümü için 8X12 mm ölçülerinde, vidalı kapağa sahip oto örnekleyici ile uyumlu amber renkli 12mm x 32 mm (1.8 mL) boyutlarındaki cam viyallere (CPS-100, A.I.M., CA, ABD) aktarıldı. Ölçüm yapılıncaya kadar +4°C’de buzdolabında bekletildi.



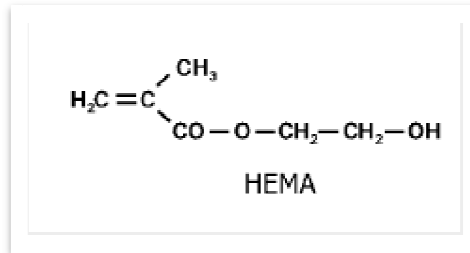
Resim 2.18 Standart çözeltilerin hazırlanmasında kullanılan monomerler



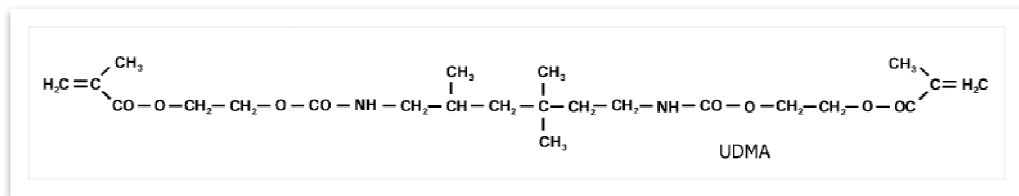
Şekil 2.3 Bis-GMA monomerinin kimyasal formülü (Van Landuyt ve ark 2007)



Şekil 2.4 TEGDMA monomerinin kimyasal formülü (Van Landuyt ve ark 2007)



Şekil 2.5 HEMA monomerinin kimyasal formülü (Van Landuyt ve ark 2007)



Şekil 2.6 UDMA monomerinin kimyasal formülü (Van Landuyt ve ark 2007)

Çizelge 2.6 Standart olarak kullanılan monomerlere ait bilgiler.

Monomer	Monomer Adı	Üretici Firma	CAS- No	Moleküler Ağırlık
Bis-GMA	Bisphenol A glycerolate dimethacrylate	Sigma-Aldrich, ABD	1565-94-2	512,59 gr/mol
UDMA	Diurethane dimethacrylate	Sigma-Aldrich, ABD	103597-45-1	470,57 gr/mol
TEGDMA	Triethyleneglykol-dimetacrylate	Sigma-Aldrich, ABD	109-16-0	286,33 gr/mol
HEMA	2-Hydroxyethyl methacrylate	Sigma-Aldrich, ABD	868-77-9	130,14 gr/mol

HPLC cihazının kromatografi kalibrasyonunun yapılabilmesi için deney şartları hazırlandı. Çalışma öncesinde standart çalışma çözeltileri, 100 mL etanol içerisinde çözünen 0,2050 gr Bis-GMA, 0,1882 gr UDMA, 0,1145 gr TEGDMA, 0,0521 gr HEMA içeren stok çözeltilerinden seyreltilerek hazırlandı.

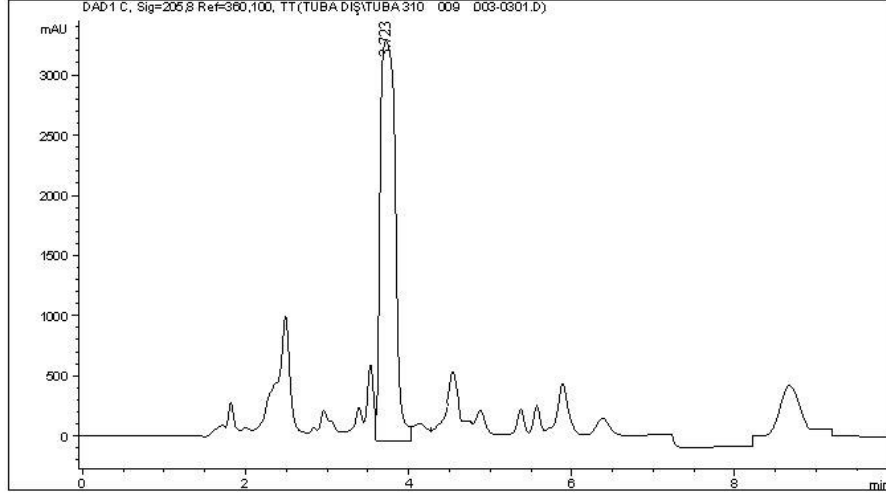
Çözeltide artık monomerlerin miktarını belirlemede, monomerlerin HPLC standardı için önceden hazırlanmış kalibrasyonlar referans alınmıştır.

Standart çözeltiler:

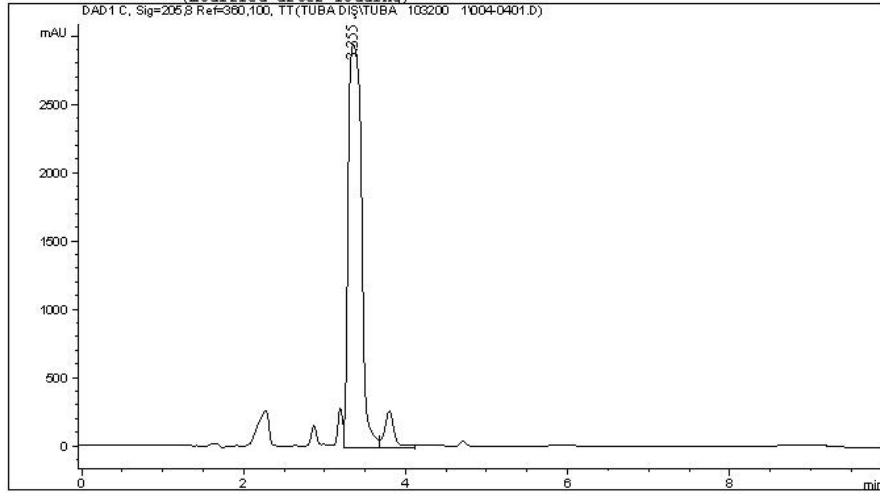
- standart çözelti: $4 \cdot 10^{-3}$ M'lık 100 mL etanol içinde çözünen monomerler.
- standart çözelti: $4 \cdot 10^{-3}$ M'lık 100 µl etanol içinde çözünen monomerler.
- standart çözelti: $4 \cdot 10^{-3}$ M'lık 80 µl etanol içinde çözünen monomerler.
- standart çözelti: $4 \cdot 10^{-3}$ M'lık 60 µl etanol içinde çözünen monomerler.
- standart çözelti: $4 \cdot 10^{-3}$ M'lık 40 µl etanol içinde çözünen monomerler.
- standart çözelti: $4 \cdot 10^{-3}$ M'lık 20 µl etanol içinde çözünen monomerler.
- standart çözelti: $4 \cdot 10^{-3}$ M'lık 1 µl etanol içinde çözünen monomerler.

Hazırlanan bu standart çözeltilerin HPLC ile analizi sonunda, monomerlerin pik alanlarına karşılık gelen konsantrasyonlar kullanılarak kalibrasyon grafiği hazırlandı.

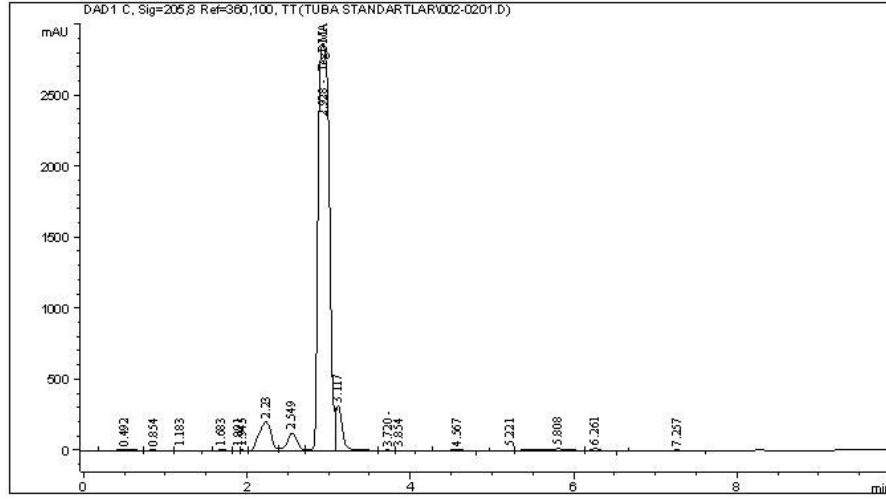
Monomerlere ait standart pikleri gösteren örnek kromatogramlar elde edildi (Resim 2.19, Resim 2.20, Resim 2.21, Resim 2.22).



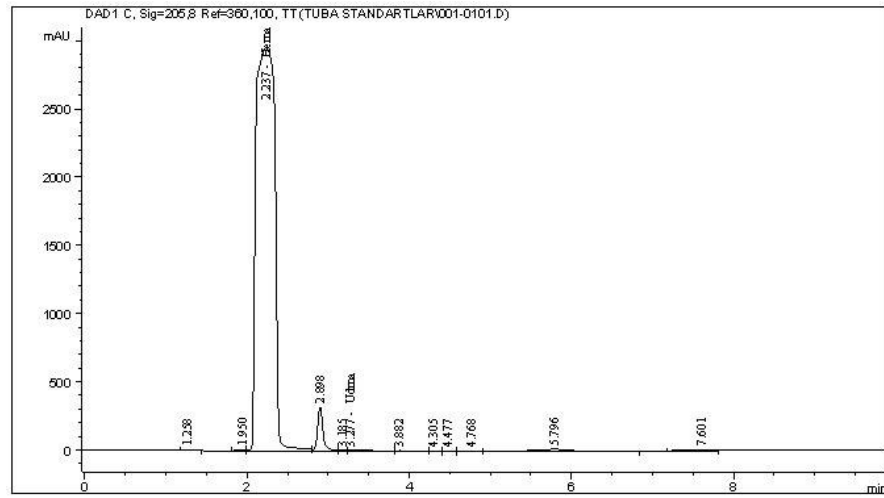
Resim 2.19 Bis-GMA monomerinin standart pik'i ve tutunma zamanı



Resim 2.20 UDMA monomerinin standart pik'i ve tutunma zamanı



Resim 2.21 TEGDMA monomerinin standart pik'i ve tutunma zamanı



Resim 2.22 HEMA monomerinin standart pik'i ve tutunma zamanı

Test düzeneklerinden elde edilen çalışma numuneleri gradient elusyon ile analiz edildi. Kromatografiye 0. dakikada mobil faz olarak %75 asetonitril - %25 su çözeltisi ile başlandı. İlerleyen dakikalarda kromatografiye farklı akış hızları ve farklı oranlar ile devam edildi (Çizelge 2.7).

Çizelge 2.7 Kromatografik yürütmede kullanılan gradient mobil fazın oranları, akış hızı.

	Zaman (Dakika)	Su (%)	Asetonitril (%)	Akış Hızı (ml/dakika)
1.	0	25	75	1.5
2.	2.40	25	75	1.5
3.	2.42	20	80	0.5
4.	2.60	20	80	1.5
5.	2.62	20	80	1.5
6.	3.00	20	80	1.5
7.	3.02	10	90	1.5
8.	3.50	25	75	1.5
9.	3.50-10	25	75	1.5

Her numuneden kolona enjekte edilen sıvı hacmi 10 µL olarak belirlendi. Her monomer için monomerlerin maksimum absorpsiyon gösterdikleri 205 nm dalga boyunda iki boyutlu Diod Array Dedektör (DAD) ile kromatogramlar elde edildi. Her bir numunenin analiz süresi yaklaşık 10 dakika sürdü. HPLC cihazında artık monomerlerin alıkonulma zamanları belirlendi (Çizelge 2.8).

Çizelge 2.8 İlgili monomerlerin DAD’da alıkonulma zamanları.

MONOMER	HEMA	TEGDMA	Bis-GMA	UDMA
Alıkonulma zamanları (dk)	2.237	2.928	3.723	3.355

2.6 İstatistiksel Değerlendirme

Dört farklı dentin kalınlığı üzerine, 3 farklı adeziv sistem uygulanıp 2 farklı ışık cihazıyla polimerize edildikten sonra, test periyodu (3 dk, 24 saat, 7 gün, 30 gün) içinde salınan artık monomer verileri zaman periyodu dikkate alınarak tekrarlayan ölçümlerde çok yönlü varyans analizi testine tabii tutulmuştur. İki farklı ışık cihazı ve üç farklı adeziv sistemden oluşan grupların her bir zaman periyodu içindeki artık monomer farklılıklarının dentin kalınlıkları arasındaki genel ve ikili karşılaştırmaları için tek yönlü varyans analizi ve Tukey HSD testleri yapıldı. Benzer şekilde dört farklı dentin kalınlığı ve iki farklı ışık cihazından oluşan gruplarda adeziv sistemler arasındaki artık monomer farklılıklarını her bir zaman periyodu içinde genel ve ikili karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi ve Tukey HSD testi uygulandı. Dört

farklı dentin kalınlığı ve 3 farklı adeziv sistem kombinasyonunda iki farklı ışık cihazı arasındaki artık monomer farklılıklarını her bir zaman periyodu içinde karşılaştırmak için bağımsız t-testi kullanıldı. Her bir grubun zaman periyotları arasındaki toplam artık monomer farklılıklarını karşılaştırmak için tekrarlayan ölçümlerde tek yönlü varyans analizi testi uygulandı. Zamanlar arasındaki toplam artık monomer farklılıklarını ikili karşılaştırmak için bağımlı t-testi uygulandı ($p<0.05$). Her bir grubun zaman periyotları arasındaki artık monomer farklılıklarını karşılaştırmak için tekrarlayan ölçümlerde tek yönlü varyans analizi testi uygulandı. Zamanlar arasındaki artık monomer farklılıklarını ikili karşılaştırmak için bağımlı t-testi uygulandı ($p<0.05$).

İstatistiksel analizler SPSS 13.0 ve MS Excel 2007 programları kullanılarak yapılmıştır.

3. BULGULAR

Pulpa basıncı varlığında, dört farklı dentin kalınlığına, 3 adeziv sistem uygulanıp 2 farklı ışık cihazıyla polimerize edildikten sonra 3.dakika, 24.saat, 7.gün ve 30.gün zaman periyotlarında artık HEMA, TEGDMA, Bis-GMA ve UDMA miktarları HPLC ölçümleri ile değerlendirildi. Kromatografik ölçümlerin tekrarlanmasına rağmen Bis-GMA ve UDMA monomerleri distile su içerisinde tespit edilemedi. TEGDMA monomeri sadece 0.3mm'lik dentin kalınlığında 4 örnekte rastlandı. Artık HEMA monomeri ise tüm gruplarda tespit edildi ve sonuçlar (ortalama, standart sapma, minimum ve maksimum değerler) Çizelge 3.1'de verildi.

Çizelge 3.1 HPLC’den elde edilen toplam HEMA ölçüm sonuçları (Ortalama, Standart sapma, Minumum ve Maksimum) (n=10).

İşık Cihazı	Dentin Kalınlığı	Adeziv Sistem	Zaman	Ortalama	Standart Sapma	Minimum	Maksimum
QTH	2 mm	Clearfil TM S ³ Bond 1110	3 dakika	2.000E-08	2.689E-11	1.993E-08	2.002E-08
			24 saat	2.001E-08	1.284E-11	1.998E-08	2.003E-08
			7 gün	2.002E-08	1.732E-11	1.998E-08	2.004E-08
			30 gün	2.004E-08	3.191E-11	1.998E-08	2.008E-08
		XP Bond TM 1120	3 fdakika	2.339E-08	6.158E-11	2.323E-08	2.346E-08
			24 saat	2.359E-08	2.535E-10	2.338E-08	2.397E-08
			7 gün	2.368E-08	2.961E-10	2.340E-08	2.402E-08
			30 gün	2.391E-08	2.638E-10	2.340E-08	2.405E-08
		Adper SE Bond 1130	3 dakika	2.024E-08	2.968E-10	1.998E-08	2.060E-08
			24 saat	2.025E-08	3.200E-10	1.998E-08	2.068E-08
			7 gün	2.026E-08	3.241E-10	1.998E-08	2.068E-08
			30 gün	2.031E-08	3.456E-10	1.998E-08	2.075E-08
	1 mm	Clearfil TM S ³ Bond 1210	3 dakika	2.182E-05	5.081E-08	2.176E-05	2.191E-05
			24 saat	2.260E-05	4.141E-07	2.216E-05	2.360E-05
			7 gün	2.311E-05	6.399E-07	2.216E-05	2.381E-05
			30 gün	2.372E-05	7.511E-07	2.216E-05	2.434E-05
		XP Bond TM 1220	3 dakika	2.999E-05	7.296E-08	2.985E-05	3.011E-05
			24 saat	3.022E-05	3.240E-07	2.993E-05	3.077E-05
			7 gün	3.051E-05	4.685E-07	2.993E-05	3.097E-05
			30 gün	3.076E-05	4.190E-07	2.993E-05	3.102E-05
		Adper SE Plus Bond 1230	3 dakika	2.149E-05	4.388E-07	2.089E-05	2.191E-05
			24 saat	2.184E-05	3.117E-07	2.118E-05	2.242E-05
			7 gün	2.264E-05	7.902E-07	2.177E-05	2.359E-05
			30 gün	2.385E-05	1.164E-06	2.183E-05	2.555E-05
	0.5 mm	Clearfil TM S ³ Bond 1310	3 dakika	1.870E-05	4.323E-08	1.862E-05	1.877E-05
			24 saat	1.883E-05	1.800E-07	1.866E-05	1.921E-05
			7 gün	1.896E-05	2.489E-07	1.867E-05	1.950E-05
			30 gün	1.911E-05	3.124E-07	1.871E-05	1.987E-05
		XP Bond TM 1320	3 dakika	9.207E-04	2.788E-06	9.164E-04	9.242E-04
			24 saat	9.390E-04	2.681E-05	9.164E-04	9.864E-04
			7 gün	9.519E-04	3.009E-05	9.164E-04	9.960E-04
			30 gün	9.665E-04	2.730E-05	9.164E-04	9.993E-04
		Adper SE Plus Bond 1330	3 dakika	1.891E-05	2.579E-07	1.866E-05	1.923E-05
			24 saat	1.904E-05	4.328E-07	1.866E-05	1.959E-05
			7 gün	1.918E-05	4.764E-07	1.867E-05	1.987E-05
			30 gün	1.961E-05	9.118E-07	1.871E-05	2.134E-05
	0.3 mm	Clearfil TM S ³ Bond 1410	3 dakika	7.128E-04	3.508E-07	7.121E-04	7.133E-04
			24 saat	7.164E-04	4.837E-06	7.121E-04	7.244E-04
			7 gün	7.285E-04	1.421E-05	7.121E-04	7.443E-04
			30 gün	7.352E-04	1.215E-05	7.124E-04	7.452E-04
		XP Bond TM 1420	3 dakika	6.047E-03	1.912E-05	6.015E-03	6.071E-03
			24 saat	6.060E-03	2.805E-05	6.015E-03	6.108E-03
			7 gün	6.088E-03	3.547E-05	6.030E-03	6.115E-03
			30 gün	6.102E-03	3.641E-05	6.030E-03	6.124E-03
		Adper SE Plus Bond 1430	3 dakika	7.406E-04	3.592E-05	7.121E-04	7.827E-04
			24 saat	7.416E-04	3.727E-05	7.121E-04	7.863E-04
			7 gün	7.563E-04	4.720E-05	7.121E-04	8.162E-04
			30 gün	7.722E-04	5.516E-05	7.124E-04	8.498E-04
LED	2 mm	Clearfil TM S ³ Bond	3 dakika	2.178E-08	6.617E-11	2.168E-08	2.188E-08
			24 saat	2.191E-08	2.041E-10	2.168E-08	2.223E-08
			7 gün	2.259E-08	7.404E-10	2.176E-08	2.360E-08

Işık Cihazı	Dentin Kalınlığı	Adeziv Sistem	Zaman	Ortalama	Standart Sapma	Minimum	Maksimum
		2110	30 gün	2.311E-08	8.565E-10	2.176E-08	2.433E-08
		XP Bond™ 2120	3 dakika	2.081E-08	7.783E-11	2.071E-08	2.093E-08
			24 saat	2.104E-08	3.297E-10	2.071E-08	2.157E-08
			7 gün	2.324E-08	2.281E-09	2.071E-08	2.604E-08
			30 gün	2.552E-08	2.477E-09	2.078E-08	2.712E-08
		Adper SE Plus Bond 2130	3 dakika	2.127E-08	6.447E-10	2.035E-08	2.183E-08
			24 saat	2.131E-08	5.916E-10	2.048E-08	2.183E-08
			7 gün	2.154E-08	7.989E-10	2.064E-08	2.291E-08
			30 gün	2.187E-08	1.060E-09	2.064E-08	2.327E-08
	1 mm	Clearfil™ S ³ Bond 2210	3 dakika	2.368E-05	8.403E-08	2.353E-05	2.384E-05
			24 saat	2.385E-05	2.097E-07	2.353E-05	2.419E-05
			7 gün	2.441E-05	6.645E-07	2.353E-05	2.539E-05
			30 gün	2.533E-05	1.006E-06	2.369E-05	2.628E-05
		XP Bond™ 2220	3 dakika	3.820E-05	6.470E-08	3.810E-05	3.829E-05
			24 saat	3.825E-05	1.024E-07	3.810E-05	3.839E-05
			7 gün	3.840E-05	1.827E-07	3.810E-05	3.871E-05
			30 gün	3.899E-05	4.209E-07	3.826E-05	3.962E-05
		Adper SE Plus Bond 2230	3 dakika	2.335E-05	4.678E-07	2.258E-05	2.384E-05
			24 saat	2.381E-05	2.123E-07	2.353E-05	2.427E-05
			7 gün	2.449E-05	7.677E-07	2.353E-05	2.560E-05
			30 gün	2.534E-05	9.282E-07	2.369E-05	2.647E-05
	0.5 mm	Clearfil™ S ³ Bond 2310	3 dakika	1.195E-04	7.524E-07	1.184E-04	1.207E-04
			24 saat	1.226E-04	4.892E-06	1.190E-04	1.336E-04
			7 gün	1.258E-04	6.018E-06	1.193E-04	1.381E-04
			30 gün	1.286E-04	5.621E-06	1.193E-04	1.397E-04
		XP Bond™ 2320	3 dakika	1.495E-03	2.856E-06	1.487E-03	1.497E-03
			24 saat	1.497E-03	3.758E-06	1.487E-03	1.500E-03
			7 gün	1.511E-03	1.525E-05	1.487E-03	1.528E-03
			30 gün	1.522E-03	1.430E-05	1.496E-03	1.537E-03
		Adper SE Plus Bond 2330	3 dakika	1.254E-04	7.538E-06	1.190E-04	1.347E-04
			24 saat	1.260E-04	8.329E-06	1.190E-04	1.360E-04
			7 gün	1.301E-04	1.027E-05	1.193E-04	1.431E-04
			30 gün	1.358E-04	1.323E-05	1.193E-04	1.557E-04
	0.3 mm	Clearfil™ S ³ Bond 2410	3 dakika	7.084E-04	1.871E-07	7.081E-04	7.086E-04
			24 saat	7.096E-04	2.158E-06	7.081E-04	7.137E-04
			7 gün	7.161E-04	6.829E-06	7.081E-04	7.248E-04
			30 gün	7.270E-04	1.116E-05	7.084E-04	7.388E-04
		XP Bond™ 2420	3 dakika	6.621E-03	5.491E-06	6.609E-03	6.629E-03
			24 saat	6.627E-03	4.559E-06	6.619E-03	6.634E-03
			7 gün	6.649E-03	2.395E-05	6.619E-03	6.681E-03
			30 gün	6.676E-03	2.924E-05	6.624E-03	6.701E-03
		Adper SE Plus Bond 2430	3 dakika	7.145E-04	7.925E-06	7.081E-04	7.240E-04
			24 saat	7.167E-04	1.092E-05	7.081E-04	7.326E-04
			7 gün	7.380E-04	3.600E-05	7.081E-04	7.948E-04
			30 gün	7.547E-04	4.515E-05	7.084E-04	8.232E-04

Değerler molarite (M) cinsinden hesaplanmıştır.

Sonuçların genel istatistik değerlendirilmesinde tekrarlayan ölçümlerde çok yönlü varyans analizi sonucunda, tüm gruplar arasında önemli derecede fark olduğu tespit edildi ($p < 0.05$). İstatistiksel analiz sonuçları Çizelge 3.2’de verildi.

Çizelge 3.2 Tüm gruplardan salınan toplam HEMA'nın tekrarlayan ölçümlerde çok yönlü varyans analizi sonuçları.

	KT	SD	KO	F	Sig.
Etkileşim	601633386	1	601633386	4158,218	.000***
Işık Cihazı	1268104,955	1	1268104,955	8,765	.003**
Dentin Kalınlığı	1101128926	3	367042975,4	2536,835	.000***
Adeziv Sistem	657273813,5	2	328636906,8	2271,390	.000***
Işık Cihazı x Dentin Kalınlığı	1301853,49	3	433951,1635	2,999	.032*
Işık Cihazı x Adeziv Sistem	1145854,481	2	572927,2406	3,960	.020*
Dentin Kalınlığı x Adeziv Sistem	1139921518	6	189986919,7	1313,104	.000***
IşıkCihazı x DentinKalınlığı x Adeziv Sistem	3017317,006	6	502886,168	3,476	.003**
Hata	31252045,6	216	144685,397		

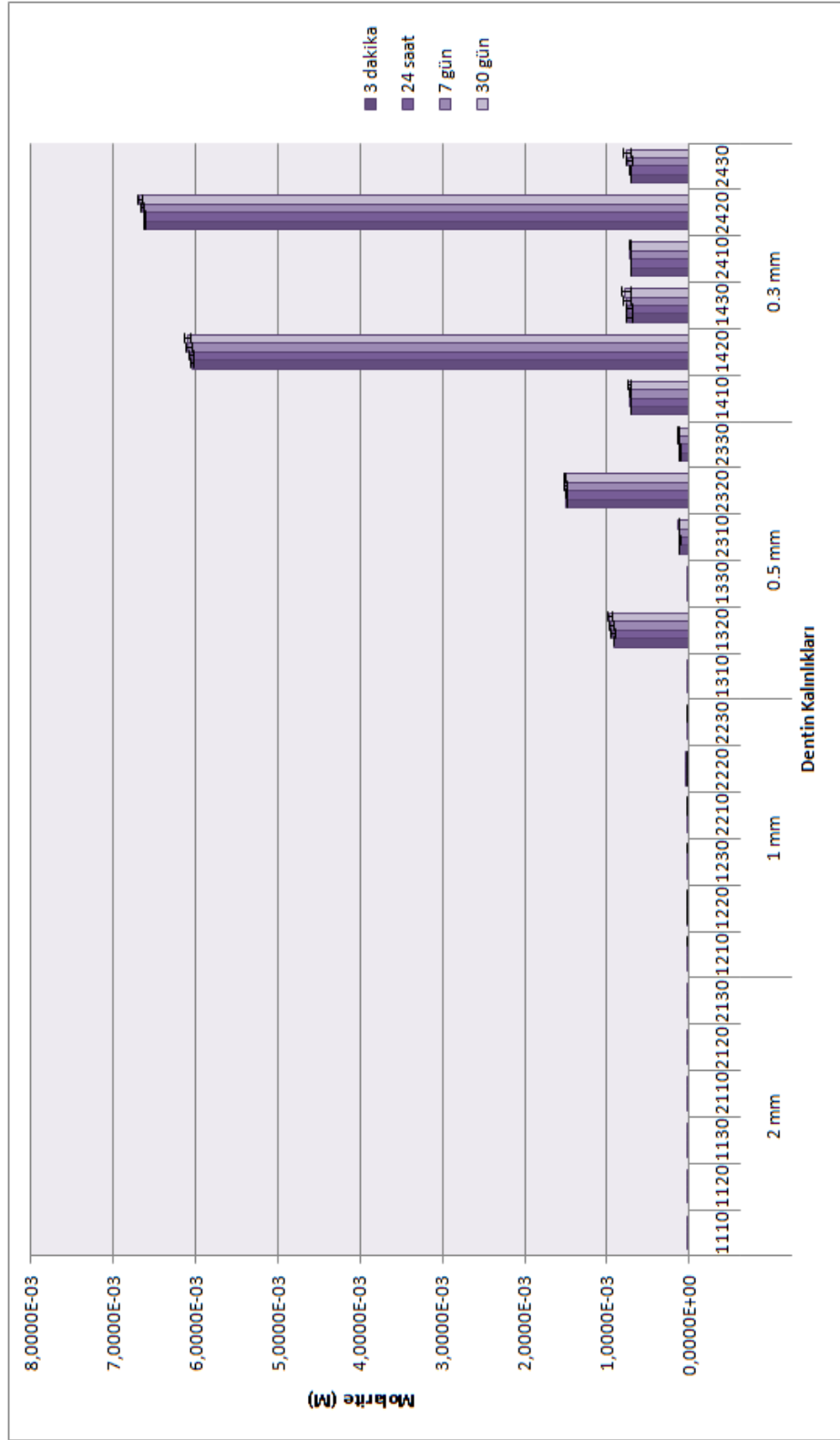
KT: Kareler Toplamı, SD: Serbestlik Derecesi, KO: Kareler Ortalaması.

*= $p<0.05$, **= $p<0.01$, ***= $p<0.001$ istatistiksel olarak önemlidir. $p>0.05$, istatistiksel olarak önemli değildir

Tüm parametrelere uygulanan tekrarlayan ölçümlerde çok yönlü varyans analizi sonucunda genel olarak ışık cihazı, dentin kalınlığı ve adeziv sistemin salınan HEMA miktarı üzerinde istatistiksel olarak önemli derecede etkili olduğu bulundu ($p<0.05$). Aynı şekilde ışık cihazı x dentin kalınlığı, ışık cihazı x adeziv sistem, ışık cihazı x dentin kalınlığı x adeziv sistem etkileşimlerinde de salınan HEMA miktarı üzerinde istatistiksel olarak anlamlı fark bulundu ($p<0.05$).

3.1 Farklı dentin kalınlıklarından geçen toplam HEMA miktarının ölçüm sonuçları

Farklı zaman aralıklarında geçen toplam HEMA miktarına ait farklı dentin kalınlıklarına göre düzenlenmiş sonuçlar, Grafik 3.1 ve Çizelge 3.1'de verilmiştir. Uygulanan tek yönlü varyans analizi ve Tukey HSD testleri sonuçları Çizelge 3.3'te görülmektedir.



Grafik 3.1 Dentin kalınlıklarına göre toplam HPLC ölçüm sonuçları (M).

Çizelge 3.3 Farklı dentin kalınlıklarından salınan toplam HEMA'nın tek yönlü varyans analizi ve Tukey HSD testi sonuçları.

			Dentin Kalınlıkları						
Adeziv Sistem	Işık Cihazı	Zaman	2-1 mm	2-0.5 mm	2-0.3 mm	1-0.5 mm	1- 0.3 mm	0.5- 0.3 mm	P
Clearfil TM S ³ Bond	QTH	3 dk	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***
		24 sa	.000***	.000***	.000***	.007**	.000***	.000***	.000***
		7 g	.000***	.000***	.000***	.568	.000***	.000***	.000***
		30 g	.000***	.000***	.000***	.262	.000***	.000***	.000***
	LED	3 dk	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***
		24 sa	.000***	.000***	.000***	.066	.000***	.000***	.000***
		7 g	.000***	.000***	.000***	.004**	.000***	.000***	.000***
		30 g	.000***	.000***	.000***	.085	.000***	.000***	.000***
XP Bond TM	QTH	3 dk	.968	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***
		24 sa	1.00	.000***	.000***	.034*	.000***	.000***	.000***
		7 g	1.00	.027*	.000***	.030*	.000***	.000***	.000***
		30 g	.013*	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***
	LED	3 dk	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***
		24 sa	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***
		7 g	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***
		30 g	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***
Adper SE Plus Bond	QTH	3 dk	.052	.105	.000***	.988	.000***	.000***	.000***
		24 sa	.059	.121	.000***	.987	.000***	.000***	.000***
		7 g	.159	.288	.000***	.986	.000***	.000***	.000***
		30 g	.141	.303	.000***	.973	.000***	.000***	.000***
	LED	3 dk	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***
		24 sa	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***	.000***
		7 g	.000***	.000***	.000***	.110	.000***	.000***	.000***
		30 g	.000***	.000***	.000***	.003**	.000***	.000***	.000***

*= $p<0.05$, **= $p<0.01$, ***= $p<0.001$ istatistiksel olarak önemlidir. $p>0.05$, istatistiksel olarak önemli değildir

Farklı dentin kalınlıklarının zaman periyotlarına ait salınım değerlerinin tek yönlü varyans analizi ile karşılaştırılması sonucunda tüm zaman periyotlarında istatistiksel olarak anlamlı farklar bulundu ($p<0.05$).

XP BondTM adeziv sistemin LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grubun 3.dakika, 24.saat ve 7.gün ölçümleri ve Adper SE Plus Bond adeziv sistemin QTH ışık cihazı ile polimerize edildiği grubun tüm zamanlarındaki ölçümlerinde 2mm dentin kalınlıklarından geçen toplam HEMA miktarı ile 1mm dentin kalınlığı

arasında istatistiksel olarak fark görülmedi ($p>0.05$). Ancak diğer tüm gruplarda 1mm dentin kalınlıklarından geçen HEMA miktarının, 2mm dentin kalınlıklarından geçen miktardan fazla olduğu bulundu ($p<0.05$).

Adper SE Plus Bond'un LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta 0.5mm dentin kalınlıklarından geçen toplam HEMA miktarı 2mm'den geçen miktardan 3.dakika, 24.saat, 7 ve 30.gün zamanlarında daha fazlaydı ($p<0.05$). Ancak Adper SE Plus Bond adeziv sisteminin QTH ışık cihazı ile polimerize edildiği gruplarda tüm zamanlarda 2mm ile 0.5mm dentin kalınlıklarından geçen toplam HEMA miktarları arasında istatistiksel olarak fark bulunmadı ($p<0.05$).

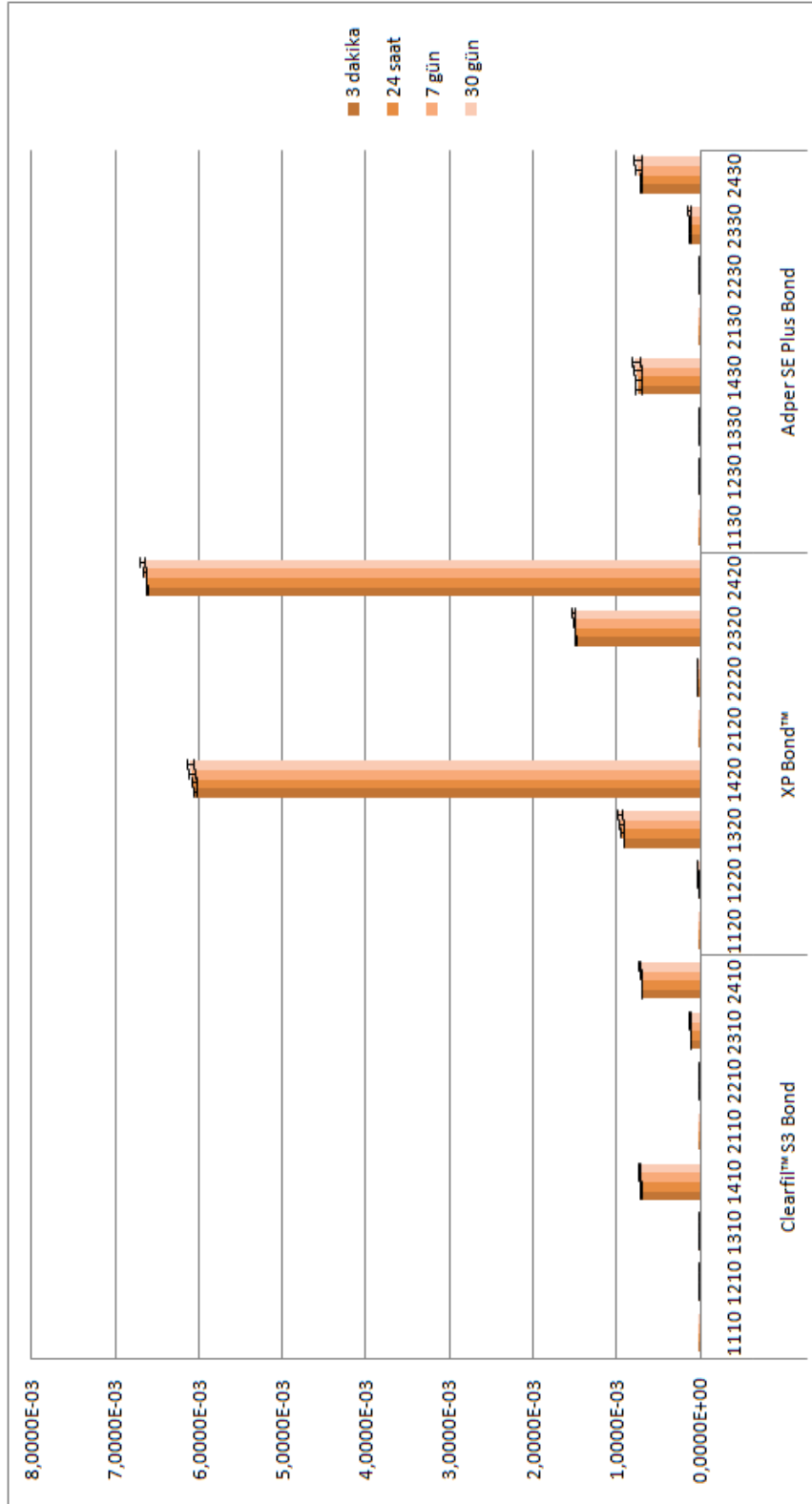
Dentin kalınlıkları arasında Tukey HSD testi ile yapılan ikili karşılaştırmalar sonucunda tüm gruplarda 0.3mm dentin kalınlığından geçen toplam HEMA miktarının 2mm, 1mm ve 0.5 mm'den daha fazla olduğu gözlemlendi ($p<0.05$). En yüksek HEMA geçişinin 0.3mm dentin kalınlığında XP BondTM,un LED ışık cihazı ile polimerizasyonu sonucu 3.dakikada olduğu bulundu ($p<0.05$).

ClearfilTM S³ Bond adeziv sisteminin QTH ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta, 3.dakika ve 24.saat ölçümlerinde istatistiksel olarak 0.5mm dentin kalınlığında, 1mm dentin kalınlığından daha fazla HEMA salınımı olduğu saptandı ($p<0.05$). Ancak aynı grubun 0.5mm dentin kalınlığı ile 1mm dentin kalınlığının 7. ve 30.gün ölçümleri arasında istatistiksel olarak fark bulunmadı ($p>0.05$). ClearfilTM S³ Bond adeziv sistemin LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grubun, 3.dakika ve 7.gün ölçümlerinde 1mm dentin kalınlığına göre 0.5mm dentin kalınlığından daha fazla HEMA salındığı görüldü ($p<0.05$). Fakat aynı grubun 24.saat ve 30.gün ölçümleri hem 1mm hem de 0.5mm dentin kalınlığında önemli bir farklılık göstermedi ($p>0.05$). XP BondTM adeziv sistemin QTH ve LED ile polimerizasyonu sonucunda tüm zamanlardaki HEMA geçişinin 1mm dentin kalınlığında 0.5mm dentin kalınlığından daha düşük olduğu görüldü ($p<0.05$). Adper SE Plus Bond adeziv sistemin QTH ışık cihazı ile polimerizasyonu sonrasında 0.5mm dentin kalınlığından 1mm'dekine benzer HEMA geçişi gözlemlendi ($p>0.05$). Adper SE Plus Bond'un LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta ise 3.dakika, 24.saat ve 30.gündeki toplam HEMA salınımı 0.5mm dentin kalınlığında 1mm'dekinden daha

fazlaydı ($p>0.05$), ancak aynı grubun 7.gündeki HEMA miktarı değerlerinin 1mm-0.5mm dentin kalınlıkları arasındaki karşılaştırılmasında istatistiksel olarak fark bulunmadı ($p>0.05$).

3.2 Farklı adeziv sistemlerden salınan toplam HEMA miktarının ölçüm sonuçları

Pulpa basıncı varlığında farklı adeziv sistemlerden farklı zaman aralıklarında salınan toplam HEMA miktarları HPLC ile tespit edildi. Elde edilen sonuçların ortalama, standart sapmaları, minimum ve maksimum değerleri Çizelge 3.1’de ve farklı adeziv sistemlere göre düzenlenmiş sonuçları Grafik 3.2’de verilmiştir.



Grafik 3.2 Adeziv sistemlere göre toplam HPLC ölçüm sonuçları (M).

Dört farklı dentin kalınlığı ve iki farklı ışık cihazından oluşan gruplarda adeziv sistemler arasındaki artık HEMA farklılıklarını her bir zaman periyodu içinde genel karşılaştırmak için yapılan tek yönlü varyans analizi testi sonucunda, 2mm dentin kalınlığı üzerinde LED ışık cihazı ile polimerize edilen gruplarda 7. gün ölçümleri arasında anlamlı fark gözlenmedi ($p>0.05$), ancak diğer tüm gruplarda adezivler arasında istatistiksel olarak önemli fark saptandı ($p<0.05$) (Çizelge 3.4).

Çizelge 3.4 Farklı adeziv sistemlerden salınan toplam HEMA'nın tek yönlü varyans analizi ve Tukey HSD testi sonuçları.

			Adeziv Sistemler			
Dentin Kalınlığı	Işık Cihazı	Zaman	Clearfil™ S ³ Bond-XP Bond™	Clearfil™ S ³ Bond-Adper SE Plus Bond	XP Bond™-Adper SE Plus Bond	P
2mm	Halojen	3 dakika	.000***	.017*	.000***	.000***
		24 saat	.000***	.076	.000***	.000***
		7 gün	.000***	.146	.000***	.000***
		30 gün	.000***	.063	.000***	.000***
	LED	3 dakika	.000***	.014*	.030*	.000***
		24 saat	.000***	.007**	.372	.000***
		7 gün	.933	.314	.176	.168
		30 gün	.001**	.422	.000***	.000***
1mm	Halojen	3 dakika	.000***	.023*	.000***	.000***
		24 saat	.048*	.000***	.000***	.000***
		7 gün	.044*	.249	.000***	.000***
		30 gün	.000***	.936	.000***	.000***
	LED	3 dakika	.000***	.876	.000***	.000***
		24 saat	.000***	.878	.000***	.000***
		7 gün	.000***	.957	.000***	.000***
		30 gün	.000***	.844	.000***	.000***
0.5mm	Halojen	3 dakika	.000***	.957	.000***	.000***
		24 saat	.000***	1.00	.048*	.027*
		7 gün	.000***	1.00	.044*	.024*
		30 gün	.000***	1.00	.000***	.000***
	LED	3 dakika	.000***	.024*	.000***	.000***
		24 saat	.000***	.423	.000***	.000***
		7 gün	.000***	.519	.000***	.000***
		30 gün	.000***	.267	.000***	.000***
0.3mm	Halojen	3 dakika	.000***	.930	.000***	.000***
		24 saat	.000***	.256	.000***	.000***
		7 gün	.000***	.204	.000***	.000***
		30 gün	.000***	.136	.000***	.000***

			Adeziv Sistemler			
Dentin Kalınlığı	Işık Cihazı	Zaman	Clearfil™ S ³ Bond-XP Bond™	Clearfil™ S ³ Bond-Adper SE Plus Bond	XP Bond™-Adper SE Plus Bond	P
	LED	3 dakika	.000***	.052	.000***	.000***
		24 saat	.000***	.073	.000***	.000***
		7 gün	.000***	.155	.000***	.000***
		30 gün	.000***	.144	.000***	.000***

*= $p<0.05$, **= $p<0.01$, ***= $p<0.001$ istatistiksel olarak önemlidir. $p>0.05$, istatistiksel olarak önemli değildir.

Farklı adeziv sistemlerden salınan toplam HEMA miktarının zaman periyotlarına göre ikili karşılaştırılması için yapılan Tukey HSD testi sonucuna göre, istatistiksel olarak önemli farklıklar gözlemlendi ($p<0.05$). Buna göre, XP Bond™ adeziv sistemden salınan HEMA miktarı Clearfil™ S³ Bond adeziv sisteminden salınan HEMA miktarından, 2mm, 1mm, 0.5mm kalınlıklarda her iki ışık cihazı gruplarında da daha fazla olduğu görüldü ($p<0.05$). Ayrıca 2mm dentin kalınlığı üzerinde QTH ışık cihazı ile polimerize edilen grubun tüm zamanlardaki HEMA salınımı da XP Bond™, diğer adezivlerden daha fazla olduğu saptandı ($p<0.05$). Ancak 2mm dentin kalınlığının LED grubundaki 7.gün ölçümlerinde Clearfil™ S³ Bond ve XP Bond™, dan salınan toplam HEMA miktarı arasında önemli bir fark olmadığı tespit edildi ($p>0.05$).

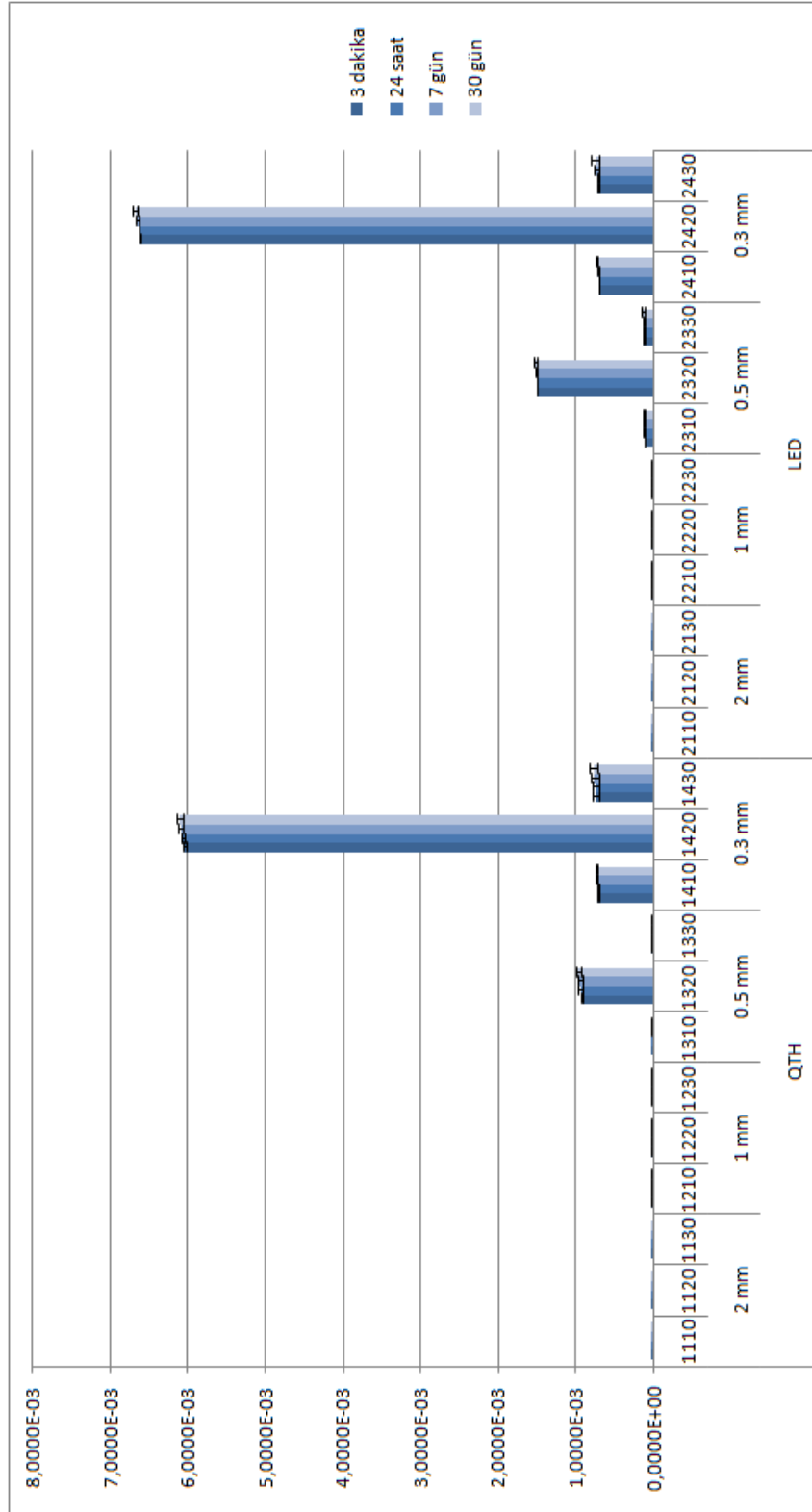
İki mm dentin kalınlığının LED ışık cihazı grubunda 3.dakika ve 24.saat zamanlarında Adper SE Plus Bond'da, XP Bond™, a göre daha yüksek HEMA değerleri saptandı ($p<0.05$). Polimerizasyonda QTH ışık cihazının kullanıldığı 2mm dentin kalınlığı grubunda ise sadece 3.dakikada Adper SE Plus Bond'dan HEMA salınımının Clearfil™ S³ Bond'a göre daha fazla olduğu görüldü ($p<0.05$). Ayrıca, 1mm dentin kalınlığı üzerinde QTH ışık cihazı kullanılan grubun 3.dakika ile 24.saat ölçümlerinde Adper SE Plus Bond'a göre Clearfil™ S³ Bond'dan daha fazla toplam HEMA salınımı gerçekleştiği görüldü ($p<0.05$). Aynı dentin kalınlığının LED ile kombinasyonunda tüm zaman aralıklarında Clearfil™ S³ Bond ile Adper SE Plus Bond benzer HEMA salınım değerleri gösterdi ($P>0.05$). LED ışık cihazı ile 0.5mm dentin kalınlığı grubunda, 3. dakika ölçümlerinde Clearfil™ S³ Bond'dan Adper SE Plus Bond'a göre daha yüksek HEMA salınımı gözlemlendi ($p<0.05$). Ancak Clearfil™ S³ Bond ile Adper SE Plus Bond adeziv sistemleri arasında diğer tüm 0.5mm dentin

kalınlığı gruplarında, tüm zaman periyotlarında toplam HEMA salınım miktarlarının istatistiksel olarak farklı olmadığı tespit edildi ($p>0.05$). Dentin kalınlığının 0.3mm olduğu QTH ve LED ışık cihazı kullanılan gruplarda Clearfil™ S³ Bond ile Adper SE Plus Bond adeziv sistemleri arasında HEMA salınımı bakımından tüm zaman periyotlarındaki ölçümlerde istatistiksel olarak fark gözlenmedi ($p>0.05$).

XP Bond™'un 2mm dentin kalınlığı ve LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta 24.saat ve 7.gün toplam HEMA salınımları ile, Adper SE Plus Bond'dan salınan HEMA miktarı arasında istatistiksel olarak fark olmadığı bulundu ($p>0.05$). Bu grup dışında diğer tüm gruplarda tüm zamanlarda XP Bond™ adeziv sistemin Adper SE Plus Bond'dan daha fazla HEMA salınımı tespit edildi ($p<0.05$).

3.3 Farklı ışık cihazları ile polimerizasyon sonrası salınan toplam HEMA miktarının ölçüm sonuçları

Dört farklı dentin kalınlığı ve 3 farklı adeziv sistemden oluşan grupların, iki farklı ışık cihazı ile polimerizasyonu sonrası her bir zaman periyodu içinde salınan toplam HEMA ölçüm sonuçları Çizelge 3.1'de, farklı ışık cihazlarına göre düzenlenmiş hali Grafik 3.3'te verilmiştir. Elde edilen sonuçlara uygulanan bağımsız t-testi analiz sonuçları Çizelge 3.5'te gösterilmiştir.



Grafik 3.3 Işık cihazlarına göre toplam HPLC ölçüm sonuçları (M).

Çizelge 3.5 Farklı ışık cihazları ile polimerizasyon sonrası salınan toplam HEMA miktarının bağımsız t-testi sonuçları.

Dentin Kalınlığı	Adeziv Sistem	Zaman	QTH – LED
2mm	Clearfil™ S ³ Bond	3 dakika	.000***
		24 saat	.000***
		7 gün	.000***
		30 gün	.000***
	XP Bond™	3 dakika	.000***
		24 saat	.000***
		7 gün	.255
		30 gün	.070
	Adper SE Plus Bond	3 dakika	.001**
		24 saat	.000***
		7 gün	.002**
		30 gün	.002**
1mm	Clearfil™ S ³ Bond	3 dakika	.000***
		24 saat	.000***
		7 gün	.000***
		30 gün	.081
	XP Bond™	3 dakika	.000***
		24 saat	.000***
		7 gün	.000***
		30 gün	.000***
	Adper SE Plus Bond	3 dakika	.001**
		24 saat	.000***
		7 gün	.000***
		30 gün	.008**
0.5mm	Clearfil™ S ³ Bond	3 dakika	.000***
		24 saat	.000***
		7 gün	.000***
		30 gün	.000***
	XP Bond™	3 dakika	.000***
		24 saat	.724
		7 gün	.738
		30 gün	.000***
	Adper SE Plus Bond	3 dakika	.000***
		24 saat	.000***
		7 gün	.000***
		30 gün	.000***
0.3mm	Clearfil™ S ³ Bond	3 dakika	.000***
		24 saat	.001**
		7 gün	.026*
		30 gün	.187
	XP Bond™	3 dakika	.001**
		24 saat	.000***
		7 gün	.000***
		30 gün	.000***
	Adper SE Plus Bond	3 dakika	.049*
		24 saat	.069
		7 gün	.337
		30 gün	.616

*= $p<0.05$, **= $p<0.01$, ***= $p<0.001$ istatistiksel olarak önemlidir. $p>0.05$, istatistiksel olarak önemli değildir.

Tüm dentin kalınlıkları üzerine tüm adeziv sistemlerden LED ışık cihazı ile polimerizasyon sonrası salınan toplam HEMA miktarının QTH ışık cihazı ile salınan toplam HEMA miktarından daha fazla olduğu gözlemlendi ($p<0.05$).

Clearfil™ S³ Bond adeziv sistemin 1mm ve 0.3mm dentin kalınlıkları üzerine uygulandığı gruplarda 30.günde QTH ile LED ışık cihazlarının polimerizasyon sonrası salınan monomer miktarları arasında önemli fark olmadığı gözlemlendi ($p>0.05$). Diğer tüm zaman periyotlarında 2mm ve 0.5mm dentin kalınlıkları üzerine uygulanan Clearfil™ S³ Bond'dan salınan toplam HEMA miktarının LED ile polimerize edildiğinde daha yüksek bulundu ($p<0.05$).

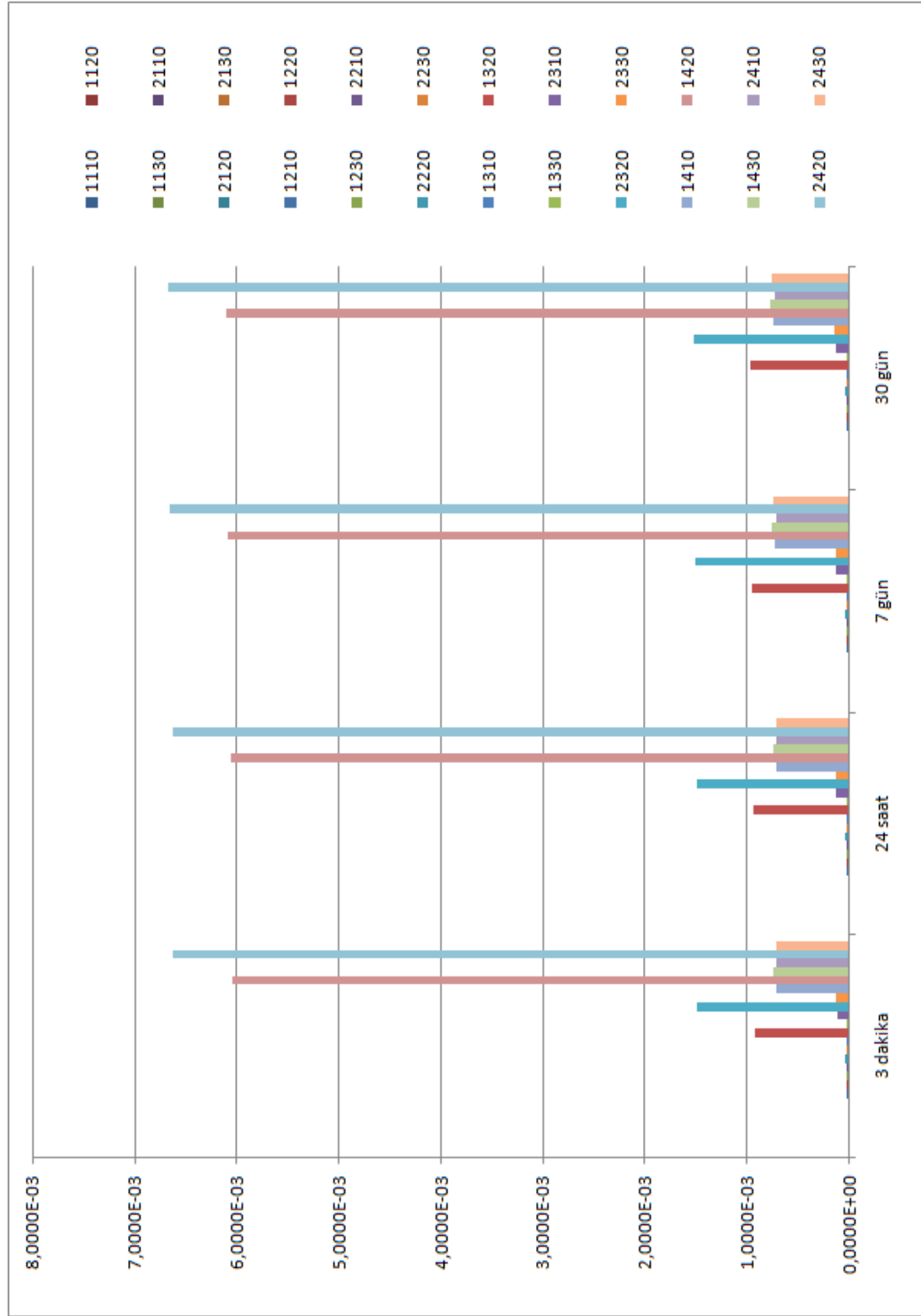
XP Bond™ adeziv sistemin 1mm ve 0.3mm dentin kalınlıkları üzerine uygulandığı grupların tüm zaman ölçümlerinde LED ışık cihazının QTH'a göre daha fazla salınımına sebep olduğu bulundu ($p<0.05$). XP Bond™ adeziv sisteminin 2mm dentin kalınlığı üzerine uygulandığı gruplarda 7 ve 30.gün ölçümlerinde QTH ile LED ışık cihazları benzer salınım sonuçlarına sahip olduğu görüldü ($p>0.05$). Aynı şekilde, XP Bond™ adeziv sisteminin 0.5mm dentin kalınlığı üzerine uygulandığı grubun 24.saat ve 7.gün ölçümlerinde LED ışık cihazları ile oluşan salınımın QTH'ın aynı zamanlardaki ölçümlerinden daha fazla olduğu bulundu ($p<0.05$).

Adper SE Plus Bond adeziv sistemin 0.3mm dentin kalınlığına uygulanmasının 24.saat, 7.gün ve 30.gün ölçüm sonuçlarının tümünde ışık cihazlarının HEMA salınım miktarı açısından fark oluşturmadığı gözlemlendi ($p>0.05$). Ancak diğer tüm dentin kalınlıklarında ve tüm zamanlarda Adper SE Plus Bond adeziv sisteminden salınan HEMA miktarının QTH ışık cihazının kullanımını azalttığı görüldü ($p<0.05$).

3.4 Tm grupların farklı zaman periyotları arasındaki toplam HEMA miktarı ölçm sonuçları

Farklı dentin kalınlıkları, farklı adeziv sistemler, farklı ışık cihazlarından oluşan tm gruplarda toplam artık HEMA farklılıklarını zaman periyotları içinde genel ve ikili karşılaştırmak için tekrarlayan ölçmlerde tek yönl varyans analizi testi ve bağımsız t-testi uygulandı.

Elde edilen toplam HEMA ölçm sonuçları Çizelge 3.1’de ve tm zamanlara göre dzenlenmiř hali Grafik 3.4’te, tek yönl varyans analizi ve bağımsız t-testi analiz sonuçları Çizelge 3.6’da gösterilmiştir.



Grafik 3.4 Tüm zamanlara göre toplam HEMA miktarının HPLC ölçüm sonuçları (M).

Çizelge 3.6 Tüm grupların farklı zaman periyotları arasında toplam HEMA miktarının tek yönlü varyans analizi ve bağımsız t-testi sonuçları.

İşık Cihazı	Dentin Kalınlığı	Adeziv Sistem	Zaman	3 dakika	24 saat	7 gün	30 gün	P
QTH	2 mm	Clearfil™ S ³ Bond 1110	3 dakika		.300	.093	.005**	.035*
			24 saat	.300		.026*	.002**	
			7 gün	.093	.026*		.008**	
			30 gün	.005**	.002**	.008**		
		XP Bond™ 1120	3 dakika		.038*	.006**	.000***	.009**
			24 saat	.038*		.064	.007**	
			7 gün	.006**	.064		.285	
			30 gün	.000***	.007**	.285		
		Adper SE Bond 1130	3 dakika		.595	.957	.025*	.029*
			24 saat	.595		.022*	.002**	
			7 gün	.957	.022*		.003**	
			30 gün	.025*	.002**	.003**		
	1 mm	Clearfil™ S ³ Bond 1210	3 dakika		.000***	.000***	.000***	.001**
			24 saat	.000***		.021*	.001**	
			7 gün	.000***	.021*		.012*	
			30 gün	.000***	.001**	.012*		
		XP Bond™ 1220	3 dakika		.046*	.005**	.000***	.008**
			24 saat	.046*		.019*	.002**	
			7 gün	.005**	.019*		.076	
			30 gün	.000***	.002**	.076		
		Adper SE Plus Bond 1230	3 dakika		.083	.009**	.001**	.012*
			24 saat	.083		.015*	.000***	
			7 gün	.009**	.015*		.002**	
			30 gün	.001**	.000***	.002**		
	0.5 mm	Clearfil™ S ³ Bond 1310	3 dakika		.059	.006**	.000***	.009**
			24 saat	.059		.176	.012*	
			7 gün	.006**	.176		.029*	
			30 gün	.000***	.012**	.029*		
		XP Bond™ 1320	3 dakika		.336	.331	.000***	.008**
			24 saat	.336		.995	.356	
			7 gün	.331	.995		.351	
			30 gün	.000***	.356	.351		
		Adper SE Plus Bond 1330	3 dakika		.040*	.008**	.001**	.010*
			24 saat	.040*		.673	.088	
			7 gün	.008**	.673		.036**	
			30 gün	.001**	.088	.036*		
	0.3 mm	Clearfil™ S ³ Bond 1410	3 dakika		.041*	.006**	.000***	.008**
			24 saat	.041*		.007**	.000***	
			7 gün	.006**	.007**		.202	
			30 gün	.000***	.000***	.202		
		XP Bond™ 1420	3 dakika		.424	.600	.706	.060
			24 saat	.424		.233	.062	
			7 gün	.600	.233		.072	
			30 gün	.706	.062	.072		
		Adper SE Plus Bond 1430	3 dakika		.074	.007**	.002**	.021*
			24 saat	.074		.007**	.002**	
			7 gün	.007**	.007**		.131	
			30 gün	.002**	.002**	.131		

*= $p<0.05$, **= $p<0.01$, ***= $p<0.001$ istatistiksel olarak önemlidir. $p>0.05$, istatistiksel olarak önemli değildir.

LED	2 mm	Clearfil™ S ³ Bond 2110	3 dakika		.053	.008**	.000***	.008**
			24 saat	.053		.008**	.000***	
			7 gün	.008**	.008**		.608	
			30 gün	.000***	.000***	.608		
		XP Bond™ 2120	3 dakika		.058	.029*	.000***	.008**
			24 saat	.058		.046*	.000***	
			7 gün	.029*	.046*		.014*	
			30 gün	.000***	.000***	.014*		
		Adper SE Plus Bond 2130	3 dakika		.271	.179	.017*	.091
			24 saat	.271		.215	.024*	
			7 gün	.179	.215		.135	
			30 gün	.017*	.024*	.135		
	1 mm	Clearfil™ S ³ Bond 2210	3 dakika		.043*	.006**	.061	.046*
			24 saat	.043*		.007**	.101	
			7 gün	.006**	.007**		.520	
			30 gün	.061	.101	.520		
		XP Bond™ 2220	3 dakika		.081	.015*	.000***	.010*
			24 saat	.081		.039*	.000***	
			7 gün	.015*	.039*		.001**	
			30 gün	.000***	.000***	.001**		
		Adper SE Plus Bond 2230	3 dakika		.879	.287	.048*	.012*
			24 saat	.879		.017*	.000***	
			7 gün	.287	.017*		.068	
			30 gün	.048*	.000***	.068		
	0.5 mm	Clearfil™ S ³ Bond 2310	3 dakika		.091	.006**	.000***	.008**
			24 saat	.091		.168	.015*	
			7 gün	.006**	.168		.042*	
			30 gün	.000***	.015*	.042*		
		XP Bond™ 2320	3 dakika		.052	.006**	.000***	.009**
			24 saat	.052		.006**	.000***	
			7 gün	.006**	.006**		.031*	
			30 gün	.000***	.000***	.031*		
		Adper SE Plus Bond 2330	3 dakika		.076	.007**	.001**	.010*
			24 saat	.076		.008**	.001**	
			7 gün	.007**	.008**		.006**	
			30 gün	.001**	.001**	.006**		
	0.3 mm	Clearfil™ S ³ Bond 2410	3 dakika		.101	.006**	.000***	.014*
			24 saat	.101		.011*	.001**	
			7 gün	.006**	.011*		.006**	
			30 gün	.000***	.001**	.006**		
		XP Bond™ 2420	3 dakika		.062	.006**	.000***	.011*
			24 saat	.062		.010*	.000***	
			7 gün	.006**	.010*		.009**	
			30 gün	.000***	.000***	.009**		
		Adper SE Plus Bond 2430	3 dakika		.057	.035*	.009**	.061
			24 saat	.057		.043*	.009**	
			7 gün	.035*	.043*		.004**	
			30 gün	.009**	.009**	.004**		

*= $p<0.05$, **= $p<0.01$, ***= $p<0.001$ istatistiksel olarak önemlidir. $p>0.05$, istatistiksel olarak önemli değildir.

Tekrarlayan ölçümlerde tek yönlü varyans analizi sonucunda sadece 0.3 mm dentin kalınlığında, Adper SE Plus Bond'un LED ışık cihazıyla polimerize edildiği grubun zamanları arasında genel olarak fark çıkmazken ($p>0.05$), diğer tüm gruplarda zamanlar arasında önemli farklıklar bulundu ($p<0.05$).

XP Bond™ adeziv sistemin, 0.3mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışık cihazı ile polimerize edildiği, Adper SE Plus Bond adeziv sisteminin 2mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışık cihazı ile polimerize edildiği ve Adper SE Plus Bond adeziv sisteminin 0.3 mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupları hariç, diğer tüm gruplarda tüm zamanlar arasında fark istatistiksel olarak önemli farklılık bulundu ($p<0.05$). En yüksek salınımın, XP Bond™ adeziv sisteminin 0.3mm dentin kalınlığı üzerine uygulandığı ve LED ile polimerizasyonunun sağlandığı grupta 3.dakikada gerçekleştiği tespit edildi.

Clearfil S³ Bond adeziv sistemin, 2mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasındaki fark önemli iken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat ve 3.dakika-7.gün arasındaki fark önemsiz bulundu ($p>0.05$).

XP Bond™ adeziv sistemin, 2mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta 3.dakika-24.saat, 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün ve 24.saat-30.gün ölçümleri arasındaki fark anlamlı iken ($p<0.05$), 24.saat-7.gün ve 7.gün-30.gün arasındaki önemsizdi ($p>0.05$).

Adper SE Plus Bond adeziv sistemin, 2mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasındaki fark önemli iken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat ve 3.dakika-7.gün arasındaki fark önemsizdi ($p>0.05$).

Clearfil S³ Bond adeziv sistemin, 1mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta farklı zaman periyotlarındaki HEMA ölçümleri aralarındaki fark anlamlı bulundu ($p<0.05$).

XP Bond™ adeziv sistemin, 1mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta 3.dakika-24.saat, 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün ve 24.saat-30.gün ölçümleri arasındaki fark anlamlı iken ($p<0.05$), 7.gün-30.gün arasındaki fark önemsizdi ($p>0.05$).

Adper SE Plus Bond adeziv sistemin, 1mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasındaki fark önemli iken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat arasındaki farkın anlamsız olduđu bulundu ($p>0.05$).

Clearfil S³ Bond adeziv sistemin, 0.5mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasında anlamlı fark saptanırken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat ve 24.saat-7.gün arasındaki farkın anlamsız olduđu tespit edildi ($p>0.05$).

XP Bond™ adeziv sistemin, 0.5mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta 3.dakika-30.gün ölçümleri arasındaki fark önemli iken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat, 3.dakika-7.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün arasındaki fark önemsiz bulundu ($p>0.05$).

Adper SE Plus Bond adeziv sistemin, 0.5mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta 3.dakika-24.saat, 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasındaki fark anlamlı iken ($p<0.05$), 24.saat-7.gün ve 24.saat-30.gün arasındaki fark anlamsız bulundu ($p>0.05$).

Clearfil S³ Bond adeziv sistemin, 0.3mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-24.saat, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün ve 24.saat-30.gün ölçümleri arasında anlamlı fark olduđu saptanırken ($p<0.05$), 7.gün-30.gün arasındaki fark anlamsız bulundu ($p>0.05$).

XP Bond™ adeziv sistemin, 0.3mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta tüm zamanlardaki HEMA ölçümleri arasındaki fark önemsiz bulundu ($p>0.05$).

Adper SE Plus Bond adeziv sistemin, 0.3mm dentin kalınlığına uygulanıp QTH ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün ve 24.saat-30.gün ölçümleri arasındaki fark önemli iken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat ve 7.gün-30.gün arasındaki fark önemsiz bulundu ($p>0.05$).

Clearfil S³ Bond adeziv sistemin, 2mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün ve 24.saat-30.gün ölçümleri arasında anlamlı farklılık gözlenirken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat, 7.gün-30.gün arasındaki fark anlamsızdı ($p>0.05$).

XP Bond™ adeziv sistemin, 2mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasında önemli fark varken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat arasındaki fark önemsizdi ($p>0.05$).

Adper SE Plus Bond adeziv sistemin, 2mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta, 3.dakika-30.gün ve 24.saat-30.gün ölçümleri arasındaki fark önemli iken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat, 3.dakika-7.gün, 24.saat-7.gün ve 7.gün-30.gün arasındaki fark önemsiz bulundu ($p>0.05$). Aynı grupta, 3.dakikada elde edilen HEMA ölçüm sonuçlarının 24.saat ve 30.günde elde edilen ölçümlerden daha yüksek olduđu gözlendi, ancak genel karşılaştırmada tüm zamanlar arasında anlamlı bir fark olmadığı saptandı ($p>0.05$).

Clearfil S³ Bond adeziv sistemin, 1mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışıık cihazı ile polimerize edildiđi grupta 3.dakika-24.saat, 3.dakika-7.gün ve 24.saat-7.gün ölçümleri arasında fark varken ($p<0.05$), 3.dakika-30.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün salınımları arasındaki fark önemsiz bulundu ($p>0.05$).

XP Bond™ adeziv sistemin, 1mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasındaki fark önemli iken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat ölçümlerinin karşılaştırmasında farklılık anlamsızdı ($p>0.05$).

Adper SE Plus Bond adeziv sistemin, 1mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün ve 24.saat-30.gün ölçümleri arasında gözlenen fark önemli iken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat, 3.dakika-7.gün, 7.gün-30.gün ölçümleri arasındaki farklılık önemsizdi ($p>0.05$).

Clearfil S³ Bond adeziv sistemin, 0.5mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasındaki anlamlı farklılık varken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat ve 24.saat-7.gün ölçümleri arasındaki farklılık önemsiz bulundu ($p>0.05$).

XP Bond™ adeziv sistemin, 0.5mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasında önemli fark gözlenirken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat arasındaki fark önemsizdi ($p>0.05$).

Adper SE Plus Bond adeziv sistemin, 0.5mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta, 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasındaki fark önemli iken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat arasındaki fark önemsiz bulundu ($p>0.05$).

Clearfil S³ Bond adeziv sistemin, 0.3mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasındaki fark önemli iken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat arasındaki farkın önemsiz olduğu bulundu ($p>0.05$).

XP Bond™ adeziv sistemin, 0.3mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasında önemli farklılık gözlenirken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat arasındaki farklılık anlamsızdı ($p>0.05$).

Adper SE Plus Bond adeziv sistemin, 0.3mm dentin kalınlığına uygulanıp LED ışık cihazı ile polimerize edildiği grupta, 3.dakika-7.gün, 3.dakika-30.gün, 24.saat-7.gün, 24.saat-30.gün ve 7.gün-30.gün ölçümleri arasında anlamlı farklılık saptanırken ($p<0.05$), 3.dakika-24.saat arasında önemli farklılık bulunmadı ($p>0.05$).

3.5 Tüm grupların farklı zaman periyotları arasındaki HEMA miktarı ölçüm sonuçları

Farklı dentin kalınlıkları, farklı adeziv sistemler, farklı ışık cihazlarından oluşan tüm gruplarda, zaman periyotları arasında salınan HEMA miktarlarını genel ve ikili karşılaştırmak için tekrarlayan ölçümlerde tek yönlü varyans analizi ve bağımsız t-testi uygulandı.

Elde edilen HEMA ölçüm sonuçları Çizelge 3.7’de ve tüm zamanlara göre düzenlenmiş hali Grafik 3.5’te, tek yönlü varyans analizi testi ve bağımsız t-testi analiz sonuçları Çizelge 3.8’de verildi.

Çizelge 3.7. HEMA ölçümlerinin zamana bağlı sonuçları (Ortalama, Standart sapma, Minimum ve Maksimum) (n=10)

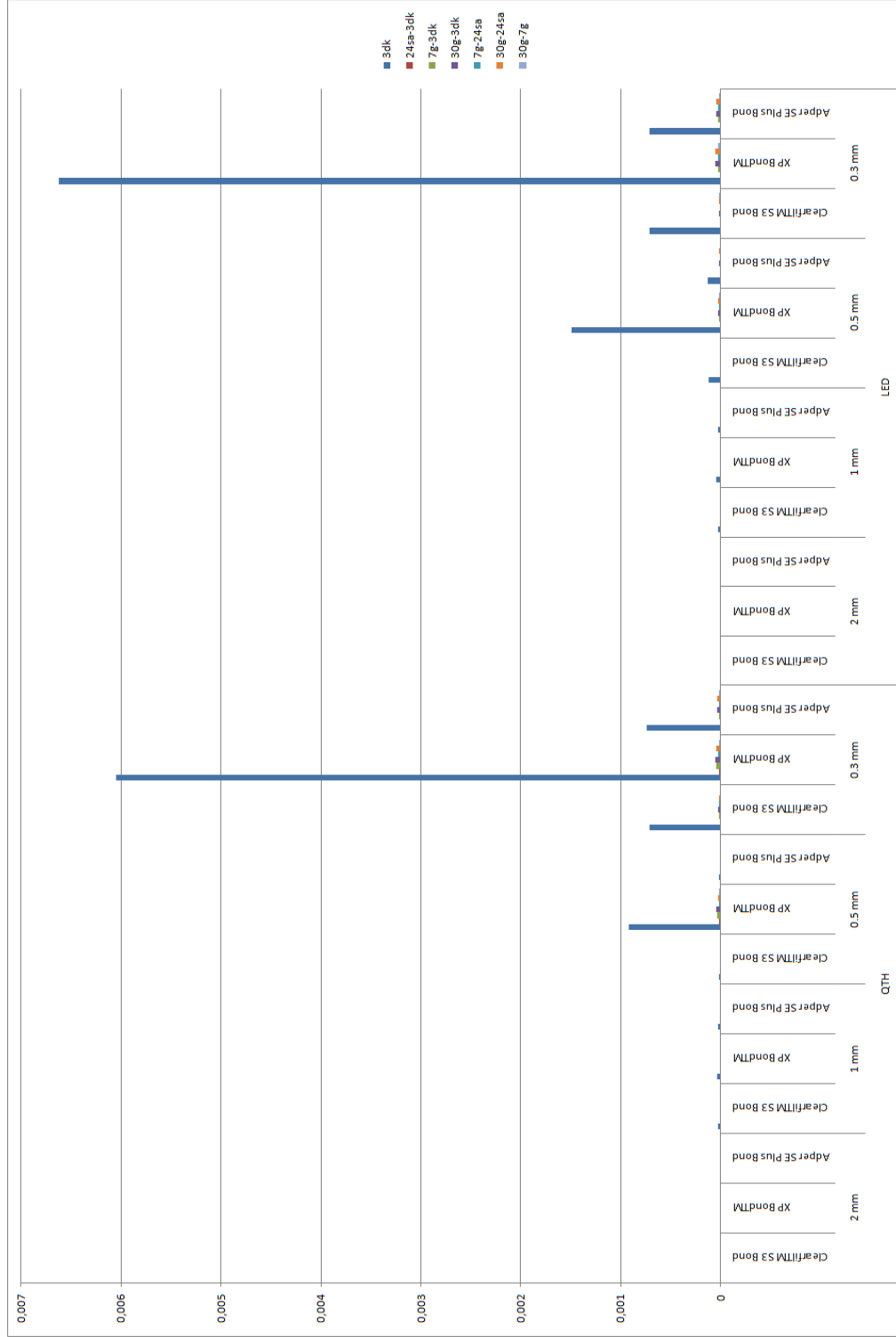
Işık Cihazı	Dentin Kalınlığı	Adeziv Sistem	Zaman	Ortalama	Standart Sapma	Minimum	Maksimum
QTH	2 mm	Clearfil™ S ³ Bond 1110	3dk	2.000E-08	2.689E-11	1.993E-08	2.002E-08
			24sa-3dk	1.143E-11	2.897E-11	0.000E+00	9.260E-11
			7g-3dk	2.019E-11	3.270E-11	0.000E+00	1.046E-10
			30g-3dk	4.418E-11	3.765E-11	0.000E+00	1.204E-10
			7g-24sa	8.760E-12	1.119E-11	0.000E+00	2.900E-11
			30g-24g	3.275E-11	2.495E-11	0.000E+00	6.920E-11
			30g-7g	2.399E-11	2.220E-11	0.000E+00	6.920E-11
		XP Bond™ 1120	3dk	2.339E-08	6.158E-11	2.323E-08	2.346E-08
			24sa-3dk	1.973E-10	2.574E-10	0.000E+00	5.681E-10
			7g-3dk	2.804E-10	3.133E-10	0.000E+00	7.903E-10
			30g-3dk	5.129E-10	2.784E-10	0.000E+00	8.179E-10
			7g-24sa	8.303E-11	1.025E-10	0.000E+00	3.206E-10
			30g-24g	3.156E-10	2.850E-10	0.000E+00	6.476E-10
			30g-7g	2.325E-10	2.838E-10	0.000E+00	6.339E-10

		Adper SE Bond 1130	3dk	2.024E-08	2.968E-10	1.998E-08	2.060E-08	
			24sa-3dk	1.771E-11	2.705E-11	0.000E+00	7.630E-11	
			7g-3dk	2.773E-11	3.139E-11	0.000E+00	8.000E-11	
			30g-3dk	7.399E-11	5.326E-11	0.000E+00	1.487E-10	
			7g-24sa	1.002E-11	1.310E-11	0.000E+00	3.640E-11	
			30g-24g	5.628E-11	4.049E-11	0.000E+00	1.330E-10	
	1 mm	Clearfil™ S ³ Bond 1210	30g-7g	4.626E-11	3.568E-11	0.000E+00	1.187E-10	
			3dk	2.182E-05	5.081E-08	2.176E-05	2.191E-05	
			24sa-3dk	7.773E-07	4.292E-07	3.303E-07	1.837E-06	
			7g-3dk	1.289E-06	6.521E-07	3.303E-07	2.054E-06	
			30g-3dk	1.902E-06	7.635E-07	3.303E-07	2.496E-06	
			7g-24sa	5.120E-07	5.786E-07	0.000E+00	1.315E-06	
		XP Bond™ 1220	30g-24g	1.124E-06	7.466E-07	0.000E+00	1.942E-06	
			30g-7g	6.123E-07	6.131E-07	0.000E+00	1.942E-06	
			3dk	2.999E-05	7.296E-08	2.985E-05	3.011E-05	
			24sa-3dk	2.273E-07	3.104E-07	0.000E+00	7.780E-07	
			7g-3dk	5.170E-07	4.482E-07	0.000E+00	9.424E-07	
			30g-3dk	7.688E-07	4.109E-07	0.000E+00	1.071E-06	
		Adper SE Plus Bond 1230	7g-24sa	2.897E-07	3.220E-07	0.000E+00	8.426E-07	
			30g-24g	5.416E-07	3.972E-07	0.000E+00	1.050E-06	
			30g-7g	2.519E-07	3.969E-07	0.000E+00	1.050E-06	
			3dk	2.149E-05	4.388E-07	2.089E-05	2.191E-05	
			24sa-3dk	3.501E-07	5.673E-07	0.000E+00	1.522E-06	
			7g-3dk	1.143E-06	1.085E-06	0.000E+00	2.699E-06	
		0.5 mm	Clearfil™ S ³ Bond 1310	30g-3dk	2.358E-06	1.463E-06	0.000E+00	4.651E-06
				7g-24sa	7.932E-07	8.362E-07	0.000E+00	2.363E-06
				30g-24g	2.008E-06	1.170E-06	0.000E+00	3.470E-06
				30g-7g	1.215E-06	8.794E-07	0.000E+00	2.444E-06
				3dk	1.870E-05	4.323E-08	1.862E-05	1.877E-05
				24sa-3dk	1.276E-07	1.863E-07	0.000E+00	4.888E-07
	XP Bond™ 1320		7g-3dk	2.591E-07	2.572E-07	0.000E+00	7.768E-07	
			30g-3dk	4.061E-07	3.149E-07	0.000E+00	1.147E-06	
			7g-24sa	1.316E-07	1.570E-07	0.000E+00	3.922E-07	
			30g-24g	2.785E-07	2.238E-07	0.000E+00	6.580E-07	
			30g-7g	1.469E-07	1.679E-07	0.000E+00	4.460E-07	
			3dk	9.207E-04	2.788E-06	9.164E-04	9.242E-04	
	Adper SE Plus Bond 1330		24sa-3dk	1.834E-05	2.559E-05	0.000E+00	6.661E-05	
			7g-3dk	3.119E-05	2.921E-05	0.000E+00	7.616E-05	
			30g-3dk	4.576E-05	2.667E-05	0.000E+00	7.893E-05	
			7g-24sa	1.284E-05	1.826E-05	0.000E+00	4.674E-05	
			30g-24g	2.742E-05	2.136E-05	0.000E+00	5.892E-05	
			30g-7g	1.458E-05	1.758E-05	0.000E+00	4.740E-05	
	0.3 mm		Adper SE Plus Bond 1330	3dk	1.891E-05	2.579E-07	1.866E-05	1.923E-05
				24sa-3dk	1.361E-07	1.791E-07	0.000E+00	4.027E-07
				7g-3dk	2.756E-07	2.556E-07	0.000E+00	6.832E-07
				30g-3dk	7.084E-07	6.982E-07	0.000E+00	2.159E-06
				7g-24sa	1.396E-07	1.562E-07	0.000E+00	3.922E-07
				30g-24g	5.723E-07	5.617E-07	0.000E+00	1.756E-06
		Clearfil™ S ³ Bond 1410	30g-7g	4.327E-07	4.990E-07	0.000E+00	1.476E-06	
			3dk	7.128E-04	3.508E-07	7.121E-04	7.133E-04	
			24sa-3dk	3.559E-06	4.723E-06	0.000E+00	1.139E-05	
			7g-3dk	1.573E-05	1.406E-05	0.000E+00	3.171E-05	
			30g-3dk	2.243E-05	1.208E-05	0.000E+00	3.262E-05	
			7g-24sa	1.217E-05	1.098E-05	0.000E+00	2.759E-05	
		XP	30g-24g	1.887E-05	1.043E-05	0.000E+00	2.806E-05	
			30g-7g	6.698E-06	1.071E-05	0.000E+00	2.702E-05	
				3dk	6.047E-03	1.912E-05	6.015E-03	6.071E-03

		Bond™ 1420	24sa-3dk	1.244E-05	2.335E-05	0.000E+00	7.385E-05
			7g-3dk	4.075E-05	3.863E-05	0.000E+00	9.993E-05
			30g-3dk	5.437E-05	3.419E-05	0.000E+00	1.094E-04
			7g-24sa	2.831E-05	3.435E-05	0.000E+00	9.993E-05
			30g-24g	4.194E-05	3.379E-05	0.000E+00	1.094E-04
			30g-7g	1.362E-05	2.117E-05	0.000E+00	5.564E-05
		Adper SE Plus Bond 1430	3dk	7.406E-04	3.592E-05	7.121E-04	7.827E-04
			24sa-3dk	1.036E-06	1.624E-06	0.000E+00	4.295E-06
			7g-3dk	1.570E-05	1.427E-05	0.000E+00	3.409E-05
			30g-3dk	3.163E-05	2.236E-05	0.000E+00	6.775E-05
			7g-24sa	1.466E-05	1.349E-05	0.000E+00	3.324E-05
			30g-24g	3.060E-05	2.108E-05	0.000E+00	6.345E-05
			30g-7g	1.593E-05	1.519E-05	0.000E+00	4.501E-05
	LED	Clearfil™ S³ Bond 2110	3dk	2.178E-08	6.617E-11	2.168E-08	2.188E-08
			24sa-3dk	1.296E-10	1.838E-10	0.000E+00	4.843E-10
			7g-3dk	8.041E-10	7.448E-10	0.000E+00	1.723E-09
			30g-3dk	1.324E-09	8.756E-10	0.000E+00	2.563E-09
			7g-24sa	6.745E-10	6.314E-10	0.000E+00	1.597E-09
			30g-24g	1.195E-09	7.701E-10	0.000E+00	2.235E-09
			30g-7g	5.203E-10	4.927E-10	0.000E+00	1.158E-09
		XP Bond™ 2120	3dk	2.081E-08	7.783E-11	2.071E-08	2.093E-08
			24sa-3dk	2.277E-10	3.316E-10	0.000E+00	8.097E-10
			7g-3dk	2.429E-09	2.263E-09	0.000E+00	5.166E-09
			30g-3dk	4.712E-09	2.504E-09	0.000E+00	6.338E-09
			7g-24sa	2.201E-09	2.110E-09	0.000E+00	4.823E-09
			30g-24g	4.484E-09	2.387E-09	0.000E+00	6.301E-09
			30g-7g	2.283E-09	2.364E-09	0.000E+00	6.301E-09
		Adper SE Plus Bond 2130	3dk	2.127E-08	6.447E-10	2.035E-08	2.183E-08
			24sa-3dk	3.986E-11	5.572E-11	0.000E+00	1.361E-10
			7g-3dk	2.734E-10	4.073E-10	0.000E+00	1.235E-09
			30g-3dk	6.026E-10	5.896E-10	0.000E+00	1.597E-09
			7g-24sa	2.335E-10	4.189E-10	0.000E+00	1.235E-09
			30g-24g	5.627E-10	6.176E-10	0.000E+00	1.597E-09
			30g-7g	3.292E-10	4.451E-10	0.000E+00	1.131E-09
	1 mm	Clearfil™ S³ Bond 2210	3dk	2.368E-05	8.403E-08	2.353E-05	2.384E-05
			24sa-3dk	1.663E-07	2.236E-07	0.000E+00	5.701E-07
			7g-3dk	7.347E-07	6.757E-07	0.000E+00	1.690E-06
			30g-3dk	1.651E-06	1.011E-06	0.000E+00	2.579E-06
			7g-24sa	5.684E-07	5.817E-07	0.000E+00	1.370E-06
			30g-24g	1.484E-06	9.634E-07	0.000E+00	2.292E-06
			30g-7g	9.161E-07	7.492E-07	0.000E+00	2.249E-06
		XP Bond™ 2220	3dk	3.820E-05	6.470E-08	3.810E-05	3.829E-05
			24sa-3dk	5.156E-08	8.308E-08	0.000E+00	2.130E-07
			7g-3dk	1.936E-07	2.030E-07	0.000E+00	5.486E-07
			30g-3dk	7.876E-07	4.465E-07	0.000E+00	1.403E-06
			7g-24sa	1.421E-07	1.863E-07	0.000E+00	5.486E-07
			30g-24g	7.360E-07	4.371E-07	0.000E+00	1.403E-06
			30g-7g	5.939E-07	4.089E-07	0.000E+00	1.403E-06
		Adper SE Plus Bond 2230	3dk	2.335E-05	4.678E-07	2.258E-05	2.384E-05
			24sa-3dk	4.533E-07	6.187E-07	0.000E+00	1.448E-06
			7g-3dk	1.139E-06	1.096E-06	0.000E+00	2.741E-06
			30g-3dk	1.991E-06	1.169E-06	0.000E+00	3.623E-06
			7g-24sa	6.861E-07	7.103E-07	0.000E+00	1.915E-06
			30g-24g	1.538E-06	8.677E-07	0.000E+00	2.292E-06
			30g-7g	8.519E-07	7.454E-07	0.000E+00	2.249E-06
	0.5 mm	Clearfil™ S³ Bond	3dk	1.195E-04	7.524E-07	1.184E-04	1.207E-04
			24sa-3dk	3.072E-06	5.139E-06	0.000E+00	1.511E-05

	0.3 mm	2310	7g-3dk	6.220E-06	6.387E-06	0.000E+00	1.966E-05
			30g-3dk	9.115E-06	5.980E-06	0.000E+00	2.126E-05
			7g-24sa	3.148E-06	3.699E-06	0.000E+00	9.292E-06
			30g-24g	6.043E-06	4.267E-06	0.000E+00	1.080E-05
			30g-7g	2.895E-06	3.849E-06	0.000E+00	1.028E-05
		XP Bond™ 2320	3dk	1.495E-03	2.856E-06	1.487E-03	1.497E-03
			24sa-3dk	1.729E-06	2.438E-06	0.000E+00	5.637E-06
			7g-3dk	1.613E-05	1.416E-05	0.000E+00	3.228E-05
			30g-3dk	2.755E-05	1.526E-05	0.000E+00	4.251E-05
			7g-24sa	1.440E-05	1.264E-05	0.000E+00	2.867E-05
			30g-24g	2.582E-05	1.431E-05	0.000E+00	4.021E-05
			30g-7g	1.141E-05	1.416E-05	0.000E+00	4.021E-05
		Adper SE Plus Bond 2330	3dk	1.254E-04	7.538E-06	1.190E-04	1.347E-04
			24sa-3dk	6.174E-07	9.738E-07	0.000E+00	2.817E-06
			7g-3dk	4.759E-06	4.309E-06	0.000E+00	1.004E-05
			30g-3dk	1.044E-05	6.914E-06	0.000E+00	2.262E-05
			7g-24sa	4.141E-06	3.843E-06	0.000E+00	9.292E-06
			30g-24g	9.820E-06	6.158E-06	0.000E+00	1.980E-05
			30g-7g	5.678E-06	4.951E-06	0.000E+00	1.258E-05
		Clearfil™ S³ Bond 2410	3dk	7.084E-04	1.871E-07	7.081E-04	7.086E-04
			24sa-3dk	1.218E-06	2.110E-06	0.000E+00	5.026E-06
			7g-3dk	7.707E-06	6.853E-06	0.000E+00	1.647E-05
			30g-3dk	1.867E-05	1.115E-05	0.000E+00	3.042E-05
			7g-24sa	6.489E-06	6.398E-06	0.000E+00	1.647E-05
			30g-24g	1.746E-05	1.073E-05	0.000E+00	3.042E-05
			30g-7g	1.097E-05	9.673E-06	0.000E+00	3.042E-05
		XP Bond™ 2420	3dk	6.621E-03	5.491E-06	6.609E-03	6.629E-03
			24sa-3dk	5.490E-06	8.153E-06	0.000E+00	2.326E-05
			7g-3dk	2.786E-05	2.483E-05	0.000E+00	5.456E-05
			30g-3dk	5.416E-05	3.049E-05	0.000E+00	8.059E-05
			7g-24sa	2.237E-05	2.164E-05	0.000E+00	5.245E-05
			30g-24g	4.867E-05	2.791E-05	0.000E+00	7.599E-05
			30g-7g	2.630E-05	2.491E-05	0.000E+00	7.599E-05
		Adper SE Plus Bond 2430	3dk	7.145E-04	7.925E-06	7.081E-04	7.240E-04
			24sa-3dk	2.240E-06	3.244E-06	0.000E+00	8.985E-06
			7g-3dk	2.348E-05	2.934E-05	0.000E+00	7.113E-05
			30g-3dk	4.024E-05	3.825E-05	0.000E+00	9.950E-05
			7g-24sa	2.123E-05	2.791E-05	0.000E+00	6.617E-05
			30g-24g	3.800E-05	3.643E-05	0.000E+00	9.454E-05
			30g-7g	1.676E-05	1.405E-05	0.000E+00	4.224E-05

Değerler molarite (M) cinsinden hesaplanmıştır.



Grafik 3.5 HEMA ölçümlerinin zamansal farkları.
Değerler molarite (M) cinsinden verilmiştir.

Çizelge 3.8 Tüm grupların farklı zaman periyotları arasında salınan HEMA miktarının tek yönlü varyans analizi ve bağımsız t-testi sonuçları.

Işık Cihazı	Değin Kalınlığı	Adezi v Sistem	Zaman	3dk	24sa-3dk	7g-3dk	30g-3dk	7g-24sa	30g-24sa	30g-7g	p
QTH	2 mm	Clearfil™ S ³ Bond 1110	3dk		.000	.002	.093	.768	.525	.375	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.000	.013	.685	.886	.717	
			7g-3dk	.002	.000		.004	.174	.759	.765	
			30g-3dk	.093	.013	.004		.219	.053	.145	
			7g-24sa	.768	.685	.174	.219		.170	.929	
			30g-24g	.525	.886	.759	.053	.170		.000	
			30g-7g	.379	.717	.769	.145	.929	.000		
		XP Bond ^T _M 1120	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.064	.007	.915	.443	.500	
			7g-3dk	.000	.064		.285	.038	.500	.135	
			30g-3dk	.000	.007	.285		.020	.038	.006	
			7g-24sa	.000	.915	.038	.020		.285	.529	
			30g-24g	.000	.443	.500	.038	.285		.064	
			30g-7g	.000	.500	.135	.006	.529	.064		
		Adper SE Bond 1130	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.022	.002	.304	.022	.036	
			7g-3dk	.000	.022		.003	.595	.036	.009	
			30g-3dk	.000	.002	.003		.061	.595	.957	
			7g-24sa	.000	.304	.595	.061		.003	.009	
			30g-24g	.000	.022	.036	.595	.003		.022	
			30g-7g	.000	.036	.069	.957	.009	.022		
	1 mm	Clearfil™ S ³ Bond 1210	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.021	.001	.312	.277	.526	
			7g-3dk	.000	.021		.012	.000	.526	.063	
			30g-3dk	.000	.001	.012		.000	.000	.000	
			7g-24sa	.000	.312	.000	.000		.012	.741	
			30g-24g	.000	.277	.526	.000	.012		.021	
			30g-7g	.000	.526	.003	.000	.741	.021		
		XP Bond ^T _M 1220	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.019	.002	.668	.122	.897	
			7g-3dk	.000	.019		.076	.046	.897	.287	
			30g-3dk	.000	.002	.076		.005	.046	.005	
			7g-24sa	.000	.668	.046	.005		.076	.847	
			30g-24g	.000	.122	.897	.046	.076		.019	
			30g-7g	.000	.897	.287	.005	.847	.019		
		Adper SE Plus Bond 1230	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.015	.000	.166	.001	.014	
			7g-3dk	.000	.015		.002	.083	.014	.868	
			30g-3dk	.000	.000	.002		.002	.083	.009	
			7g-24sa	.000	.166	.083	.002		.002	.316	
			30g-24g	.000	.001	.014	.083	.002		.015	
			30g-7g	.000	.014	.868	.009	.316	.015		

LED	0.5 m m	Clearfi I TM S ³ Bond 1310	3dk		.000	.00	.000	.000	.000	.000	000 ***
			24sa-3dk	.000		.176	.012	.661	.01	.951	
			7g-3dk	.000	.176		.029	.059	.951	.351	
			30g-3dk	.000	.012	.029		.005	.059	.006	
			7g-24sa	.000	.661	.059	.005		.029	.634	
			30g-24g	.000	.501	.951	.059	.029		.176	
			30g-7g	.000	.951	.351	.006	.634	.176		
		XP Bond _M ^T 1320	3dk		.000	.00	.000	.000	.000	.000	000 ***
			24sa-3dk	.000		.995	.356	.669	.346	.169	
			7g-3dk	.000	.995		.351	.336	.169	.341	
			30g-3dk	.000	.356	.351		.972	.336	.331	
			7g-24sa	.000	.669	.336	.972		.351	.687	
			30g-24g	.000	.346	.169	.336	.351		.995	
			30g-7g	.000	.169	.341	.331	.687	.995		
		Adper SE Plus Bond 1330	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	000 ***
			24sa-3dk	.000		.673	.088	.328	.948	.836	
			7g-3dk	.000	.673		.036	.040	.836	.594	
			30g-3dk	.000	.088	.036		.003	.040	.008	
			7g-24sa	.000	.328	.040	.003		.036	.268	
			30g-24g	.000	.948	.836	.040	.036		.673	
			30g-7g	.000	.836	.594	.008	.268	.673		
	0.3 m m	Clearfi I TM S ³ Bond 1410	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	000 ***
			24sa-3dk	.000		.007	.000	.020	.003	.738	
			7g-3dk	.000	.007		.202	.041	.738	.185	
			30g-3dk	.000	.000	.202		.025	.041	.006	
			7g-24sa	.000	.020	.041	.025		.202	.303	
			30g-24g	.000	.003	.738	.041	.202		.007	
			30g-7g	.000	.738	.185	.006	.303	.007		
		XP Bond _M ^T 1420	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	000 ***
			24sa-3dk	.000		.235	.062	.266	.197	.337	
			7g-3dk	.000	.233		.072	.424	.337	.503	
			30g-3dk	.000	.062	.072		.527	.424	.600	
			7g-24sa	.000	.266	.424	.527		.072	.784	
			30g-24g	.000	.197	.337	.424	.072		.233	
			30g-7g	.000	.337	.503	.600	.784	.233		
		Adper SE Plus Bond 1430	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	000 ***
			24sa-3dk	.000		.007	.002	.009	.002	.164	
			7g-3dk	.000	.007		.131	.074	.164	.440	
			30g-3dk	.000	.002	.131		.107	.074	.007	
			7g-24sa	.000	.009	.074	.107		.131	.512	
			30g-24g	.000	.002	.164	.074	.131		.007	
			30g-7g	.000	.164	.440	.007	.512	.007		
	2 m m	Clearfi I TM S ³ Bond 2110	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	000 ***
			24sa-3dk	.000		.008	.000	.013	.003	.912	
			7g-3dk	.000	.008		.608	.053	.912	.117	
			30g-3dk	.000	.000	.608		.200	.053	.008	
			7g-24sa	.000	.013	.053	.200		.608	.154	
			30g-24g	.000	.003	.912	.053	.608		.008	
			30g-7g	.000	.912	.117	.008	.154	.008		
		XP Bond _M ^T 2120	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	000 ***
			24sa-3dk	.000		.046	.000	.077	.000	.018	
			7g-3dk	.000	.046		.014	.058	.018	.665	
			30g-3dk	.000	.000	.014		.011	.058	.029	
			7g-24sa	.000	.277	.058	.011		.014	.565	
			30g-24g	.000	.000	.018	.058	.014		.046	
			30g-7g	.000	.018	.665	.029	.565	.046		

	1 m m	Adper SE Plus Bond 2130	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.215	.024	.265	.035	.192	
			7g-3dk	.000	.215		.135	.271	.192	.981	
			30g-3dk	.000	.024	.135		.093	.271	.179	
			7g-24sa	.000	.265	.271	.093		.135	.913	
			30g-24g	.000	.035	.192	.271	.135		.215	
			30g-7g	.000	.192	.981	.179	.913	.215		
		Clearfil TM S ³ Bond 2210	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.007	.101	.018	.168	.707	
			7g-3dk	.000	.007		.520	.043	.707	.595	
			30g-3dk	.000	.101	.520		.361	.043	.006	
			7g-24sa	.000	.018	.043	.361		.520	.741	
			30g-24g	.000	.168	.707	.043	.520		.007	
			30g-7g	.000	.707	.595	.006	.741	.007		
		XP Bond ^T _M 2220	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.039	.000	.196	.001	.003	
			7g-3dk	.000	.039		.001	.081	.003	.024	
			30g-3dk	.000	.000	.001		.001	.081	.015	
			7g-24sa	.000	.196	.081	.001		.001	.013	
			30g-24g	.000	.001	.003	.081	.001		.039	
			30g-7g	.000	.003	.024	.015	.013	.039		
		Adper SE Plus Bond 2230	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.017	.000	.154	.032	.297	
			7g-3dk	.000	.017		.068	.879	.297	.92	
			30g-3dk	.000	.000	.068		.365	.879	.287	
			7g-24sa	.000	.154	.179	.365		.068	.761	
			30g-24g	.000	.032	.297	.879	.068		.017	
			30g-7g	.000	.297	.923	.287	.761	.017		
	0.5 m m	Clearfil TM S ³ Bond 2310	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.168	.015	.741	.528	.938	
			7g-3dk	.000	.168		.042	.091	.938	.337	
			30g-3dk	.000	.015	.042		.008	.091	.006	
			7g-24sa	.000	.741	.091	.008		.042	.728	
			30g-24g	.000	.528	.938	.091	.042		.168	
			30g-7g	.000	.938	.337	.006	.728	.168		
		XP Bond ^T _M 2320	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.006	.000	.007	.000	.068	
			7g-3dk	.000	.006		.036	.052	.068	.547	
			30g-3dk	.000	.000	.036		.015	.052	.006	
			7g-24sa	.000	.007	.052	.015		.031	.687	
			30g-24g	.000	.000	.068	.052	.031		.006	
			30g-7g	.000	.068	.547	.006	.687	.006		
		Adper SE Plus Bond 2330	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.008	.001	.013	.000	.005	
			7g-3dk	.000	.008		.006	.076	.005	.650	
			30g-3dk	.000	.001	.006		.006	.076	.007	
			7g-24sa	.000	.013	.076	.006		.006	.465	
			30g-24g	.000	.000	.005	.076	.006		.008	
			30g-7g	.000	.005	.650	.007	.465	.008		
	0.3 m m	Clearfil TM S ³ Bond 2410	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	.000 ***
			24sa-3dk	.000		.011	.001	.033	.001	.011	
			7g-3dk	.000	.011		.006	.101	.011	.432	
			30g-3dk	.000	.001	.006		.004	.101	.006	
			7g-24sa	.000	.033	.101	.004		.006	.283	
			30g-24g	.000	.001	.011	.101	.006		.011	
			30g-7g	.000	.011	.432	.006	.283	.011		
		XP	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	

		Bond ^f M 2420	24sa-3dk	.000		.010	.000	.033	.001	.033	000 ***
			7g-3dk	.000	.010		.009	.062	.033	.903	
			30g-3dk	.000	.000	.009		.004	.062	.006	
			7g-24sa	.000	.033	.062	.004		.009	.748	
			30g-24g	.000	.001	.033	.062	.009		.010	
			30g-7g	.000	.033	.903	.006	.748	.010		
		Adper SE Plus Bond 2430	3dk		.000	.000	.000	.000	.000	.000	000 ***
			24sa-3dk	.000		.043	.009	.057	.010	.004	
			7g-3dk	.000	.043		.004	.057	.004	.473	
			30g-3dk	.000	.009	.004		.005	.057	.035	
			7g-24sa	.000	.057	.057	.005		.004	.640	
			30g-24g	.000	.010	.004	.057	.004		.043	
			30g-7g	.000	.004	.473	.035	.640	.043		

*= $p<0.05$, **= $p<0.01$, ***= $p<0.001$ istatistiksel olarak önemlidir. $p>0.05$, istatistiksel olarak önemli değildir.

Zamanlar arasındaki ikili karşılaştırmalarda, tüm gruplarda 3.dakikadaki HEMA salınımının, diğer zamanlardaki (24sa-3dk, 7g-3dk, 30g-3dk, 7g-24sa, 30g-24g, 30g-7g) HEMA salınımlarından anlamlı derecede yüksek olduğu tespit edildi ($p<0.05$).

Diğer zaman aralıklarında yapılan ikili karşılaştırmalarda genelde istatistiksel olarak anlamlı fark gözlenmezken ($p>0.05$), bazı gruplar arasında farklılıklar önemli bulundu ($p<0.05$). Sonuçlar Çizelge 3.8’te verildi.

4. TARTIŞMA

Adeziv dişhekimliği araştırmalarında temel hedef, adeziv sistemlerle diş dokuları arasında mükemmel bir bağlanma ve bu bağlanmanın sürekliliğinin ve kalitesinin sağlanması olsa da materyallerin biyouyumluluğu, diş, ağız ve çevre dokulara zararlı etkilerinin bulunmaması da önemlidir. Her geçen gün yeni adeziv sistemler piyasaya sunulmaktadır. Ancak adezivlerden artık monomer salınımı hala engellenememiştir. Araştırmalarda monomer/polimer değişim oranının %35-%77 arasında olduğu rapor edilmiştir (Spahl ve ark 1998, Sideridou ve ark 2002, Sideridou ve Achilias 2005). Bu değişim oranının, materyallerin biyouyumluluk ve renklenmeye karşı direnç gibi fiziksel özelliklerini büyük oranda etkilediği bildirilmiştir (Reichl ve ark 1999, Sideridou ve ark 2002, Sideridou ve ark 2003, Du ve Zheng 2008).

Bu çalışmada in vitro ortamda oluşturulan pulpa basıncı altında, yeni geliştirilen üç self etch adeziv sistemin dört farklı dentin kalınlığı üzerine (2mm, 1mm, 0.5mm, 0.3mm) uygulanıp, 2 farklı ışık cihazı ile polimerizasyonun sağlanmasının ardından dört farklı zamanda artık monomer salınım miktarları HPLC ile değerlendirilmiştir. Değerlendirme sonucunda dentin kalınlıkları altındaki distile suda Bis-GMA, UDMA tespit edilememişken, 4 örnekte TEGDMA, ve tüm gruplarda HEMA monomeri tespit edilmiştir. HEMA monomerinin geçişinin dentin kalınlığı azaldıkça önemli derecede arttığı görülmüştür. QTH ışık cihazının LED ışık cihazına göre daha az artık HEMA salınımına sebep olduğu bulunmuştur. Kullanılan adezivlerden de XP Bond™, un, Clearfil S³ Bond ve Adper SE Plus Bond'dan daha fazla HEMA salınımına sebep olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, artık HEMA geçişinin en fazla 3 dakika içinde olduğu, zamanla salınımın azaldığı gözlenmiştir.

Çalışmada kullanılan dişler çalışma anına kadar +4°C'de distile suda bekletildi (Hamid ve Hume 1997). Dişlerin standardizasyonunu sağlamak için dişler belirli yaş grubundaki hastalardan elde edilmiştir. Çalışmaya çürük ve çatlak içermeyen, periodontal veya ortodontik nedenlerle çekilmiş, kök oluşumu tamamlanmış, 25-45 yaşları arasındaki hastalardan çekilmiş molar dişler dahil edilerek dişlerden kaynaklanan farklılıklar sınırlandırılmaya çalışılmıştır. Çok yaşlı hasta dişleri, dentin sklerozu yaygın olacağı için, çok genç hasta dişleri ise dentin

tübül çapları çok geniş olacağı için sadece belirli yaş grubundaki hastalardan çekilmiş dişler kullanılmıştır. Böylelikle dentinin geçirgenliğindeki çeşitlilik azaltılmaya çalışılmıştır. Ayrıca Hume (1985)'in dişlerden kaynaklanan çeşitliliği tolero etmek için önerdiği şekilde örnek diş sayısı 10 olarak belirlenmiştir.

Sağlıklı dişlerde intrapulpal basınç nedeniyle kesilmiş dentin yüzeyleri, kurutulsa bile sürekli nemli hale gelmektedir. Bu durum adezivlerin bağlanma performanslarını etkileyen bir sebep olarak belirtilmektedir (Pereira ve ark 1999, Zheng ve ark 2000, Escribano ve ark 2001, Hosaka ve ark 2007, Hiraishi ve ark 2009). Bu yüzden in vitro çalışmalarda pulpa basıncının uygulanmaması bir eksiklik olarak görülmüş ve araştırmacılar pulpa basıncının dahil edildiği çalışmalar yapmaya başlamışlardır. İlk çalışmalarda pek çok araştırmacı bağlanma dayanımına intrapulpal basıncının etkisini incelerken 30-37 cmH₂O değerleri arasında değişen pulpa basınçlarını kullanmışlardır (Van Hassel 1971, Otsuki 1988, Gernhardt ve ark 2008). Ancak, Vongsavan ve Matthews'in 1992'de yaptıkları bir çalışmada dentinden ekzojen bir basınçla pulpadaki sıvı hareketini gözlemleyerek pulpa basıncının değerini ölçmüşlerdir. Pulpa basıncının 15 cmH₂O olduğunu bulmuşlardır. Buna ek olarak basıncın belirlenmesine yönelik yapılan diğer in vitro çalışmalarda da hiperemik pulpa basıncının daha önceki çalışmalarda kullanılan pulpa basıncı değerleri kadar yüksek olmadığı, 15 cmH₂O basıncı olduğu bulunmuştur (Vongsavan ve Matthews 1992, Ciucchi ve ark 1995). Bu pulpa basınç değeri genel kabul görerek pek çok çalışmada kullanılmıştır (Pereira ve ark 1999, Zheng ve ark 2000, Sengun ve ark 2003, Hosaka ve ark 2007, Mazzitelli ve ark 2008, Cardoso ve ark 2008). Bu çalışmada da 15 cmH₂O pulpa basıncı değeri kullanılmıştır.

Pulpa basıncının taklidi için her dişe özel bir su kolonu eklenip, su seviyesinin belirlendiği çalışmalar mevcuttur (Zheng ve ark 2000, Hosaka ve ark 2007, Cardoso ve ark 2008, Gernhardt ve ark 2008). Sengun ve arkadaşları (2003), çok sayıdaki dişe aynı anda pulpa basıncı uygulamıştır, hazırlanan düzenekte taklit edilen pulpa basıncı 15 cmH₂O olarak belirlenmiştir. Ancak aynı çalışmada tüm dişlere basınç uygulama süresi 24 saat sürmüştür. Zheng ve arkadaşları (2000), her dişe özel 15cmH₂O basınçta su kolonu eklemişler ancak dişleri sadece materyal uygulama süresince basınca tabii tutmuşlardır. Materyallerin polimerizasyonu

sonrası örnekleri basınç kolonundan ayırarak 24 saat suda bekletmişlerdir. Bu çalışmada tüm örnekler birbirine bağlanarak aynı anda basınç uygulandı, aynı anda çok sayıda örneğe uygulama yapıp standardizasyon sağlanmış, iş gücü ve zamandan tasarruf edilmiş oldu. Ayrıca pulpa basıncının uygulandığı önceki çalışmalarda (Zheng ve ark 2000, Sengun ve ark 2003, Hosaka ve ark 2007, Cardoso ve ark 2008, Gernhardt ve ark 2008) düzeneğe verilen basıncın devamlılığını ve değerini kontrol etmek amacıyla herhangi bir düzenek veya alet kullanılmadığı görüldü. Bu çalışmada ise, bu basıncın sürekliliğini tayin etmek için, düzeneğin başına ve sonuna toplam 2 adet U manometre yerleştirildi. Böylece düzeneğin her noktasında eşit basınç olduğu sürekli olarak kontrol edilmiş oldu.

Reaksiyona girmemiş monomerlerin miktarını belirlemek için kullanılır. Günümüzde; FT-IR, NMR, MIRS, LC/MS, UV spektroskopisi, GC ve HPLC'dir (Lee ve ark 1998, Spahl ve ark 1998, Mazzaoui ve ark 2002, Schedle ve ark 2003, Sideridou ve ark 2005, Nunes ve ark 2006, Viljanen ve ark 2006). Dişhekimliğinde kullanılan rezin esaslı materyallerin artık monomer miktarının analizi için en uygun yöntemlerin kromatografik yöntemler olduğu belirtilmektedir (Spahl ve ark 1998, Viljanen ve ark 2006). Bu materyallerden salınan artık monomerlerin tespiti için GC ve HPLC sıklıkla kullanılan kromatografik yöntemlerdir. GC, uçucu ve düşük molekül ağırlıklı maddelerin (Bisfenol-A) analizi için kullanılırken, Bis-GMA, UDMA, TEGDMA ve HEMA gibi daha büyük molekül ağırlığına sahip monomerlerin analizi için HPLC yöntemi daha uygundur (Spahl ve ark 1998, Sideridou ve Achilias 2005, Panduric ve ark 2009). Bu çalışmada da adeziv sistemlerin yapısından salınan artık monomer miktarını belirlemekte HPLC sistemi kullanıldı.

Şimdiye kadar HPLC cihazı kullanılarak yapılan artık monomer analizlerinde salınım sıvısı olarak pek çok farklı sıvı (distile su, serum fizyolojik, etanol, metanol, aseton ve etanol eklenmiş serum fizyolojik, yapay tükürük ve hücre kültürü mediumu) kullanılmıştır (Moharamzadeh ve ark 2007) (Çizelge 1.1). Yapılan bir çalışmada serum fizyolojik içerisinde sodyum ve klorür iyonlarından, yapay tükürüğün formülasyonundaki bileşenlerden (kalsiyum, fosfat iyonları, vb...), ve mediumun organik ve inorganik bileşenlerinden dolayı kromatografik analizlerde

çok sayıda pik olduğu gözlenmiştir (Moharamzadeh ve ark 2007). Bu pikler artık monomerlerden oluşan piklerin tanımlanmasını zorlaştıracak için bu tür solüsyonlar pek çok çalışmada ve bu çalışmada tercih edilmemiş, pulpa sıvısını taklit etmek için homojenitesi ve saflığı nedeniyle distile su kullanılmıştır. Çalışmamızda kullanılan distile su, HPLC kullanımı için iki kere distile edilmiş ve güvenle kullanılabilen bir distile sudur.

Yapılan in vitro çalışmalarda pik oluşturmayan etanol veya metanol, salınım sıvısı olarak kullanılmış (Sidridou ve Achilias 2005, Viljanen ve ark 2006, Altıntaş 2007), fakat bu sıvılar insan pulpa ve çevre doku sıvılarını taklit edemeyeceğinden bu çalışmada tercih edilmemiştir. Kompozitten salınan formaldehitin analizi için distile su kullanan Øysæd ve arkadaşlarından (1988) sonra pek çok araştırmacı distile suyu kromatografi çalışmalarında salınım sıvısı olarak kullanmışlardır (Hamid ve Hume 1997, Çetingüç ve ark 2007, Finer ve Santerre 2007, Moharamzadeh ve ark 2007). Ayrıca, dentinden etanol içine geçen rezin monomerler, dentinden su içerisine biyolojik olarak önemli konsantrasyonlarda geçememektedir. Bunun nedeninin de rezin monomerlerin suda çözünürlüklerinin az olması gösterilmektedir. Çetingüç ve arkadaşları (2007), HEMA gibi düşük moleküler ağırlığa sahip monomerlerin yüksek hareket kabiliyetine sahip olduğunu bildirmişlerdir. Nitekim, HEMA ve TEGDMA diğer monomerlere göre su içerisinde daha yüksek çözünürlüğe sahiptirler. Öyle ki, pozitif pulpa basıncının olduğu örneklerde dahi monomerlerin dentinden difüze olarak pulpa boşluğundaki sıvıya geçmesi engellenememiştir (Gerzina ve Hume 1995, Hume ve Gerzina 1996). Farklı salınım solüsyonlarının kullanıldığı pek çok çalışmada da, küçük molekül ağırlıklı metakrilat monomerlerin tespit edilebilecek miktarlarda salınan esas monomer olduğu savunulmuştur (Tanaka ve ark 1991, Spahl ve ark 1998, Örtengren ve ark 2001, Moharamzadeh ve ark 2007). Ayrıca, daha düşük molekül ağırlıklı monomerlerin, örneğin HEMA ve TEGDMA'nın, BisGMA ve UDMA gibi daha büyük moleküllerden daha hızlı salınacağı bildirilmiştir (Hume ve Gerzina 1996, Moharamzadeh ve ark 2007).

Yapılan çalışmalarda numunelerin toplanma süresi ve hacmi konularında çelişkiler vardır (Gerzina ve Hume 1995, Spahl ve ark 1998, Munksgaard ve ark 2000, Moharamzadeh ve ark 2007). Salınım sıvısı hacminin toksinlerin

konsantrasyonunu açıkça etkilemesi kaçınılmazdır. Hume 1985'te bu karmaşaya son vermek amacıyla bir formülasyon getirmiştir (Hume 1985). Vital dişlerde, odontoblastlara komşu 50µm'lik bir katmandan toksinlerin her dakikada bölgenin kan damarları içerisine uzaklaştırıldığı düşünülür. Standart kavitenin açıldığı çalışmalarda, pulpa ve dentin aralığı kavitenin taban alanı kadar, yani 0.5cm²'dir. Konsantrasyon, 50µm'lik katmana göre günlük 3.6ml durgun sıvı akışı ile (50µm x 0.5cm² x 1440min) toksinler uzaklaştırılabilir. Bu verilere dayanarak salınım sıvısını her bir örnek için 0.5ml olacak şekilde 2.5ml olarak belirlenmiştir. Çalışmamızda ise taban alanı 0.5cm²'den büyüktür, bunun sebebi ise dentin diskleri silikon hortumlara yapıştırıldığından, silikon hortumun iç yarıçapından daire alanı hesaplandığında yüzey alanının büyümüş olmasıdır. Bu durum 4ml gibi büyük toplama sıvısı hacmi kullanabilmemize olanak sağlamıştır. Böylece örneklerimizden dört farklı zaman periyodunda konsantrasyonu değiştirmeden 1ml'lik numuneler alınmıştır.

Salınım sıvısı hacmi kadar salınım süresinin belirlenmesi de oldukça karmaşıktır. Hem monomerlerin, hem de salınım sıvılarının türleri bu sürenin belirlenmesinde kilit noktadır. Gerzina ve Hume (1995), bu süreleri 4.32dk, 14.4dk, 43.2dk, 144dk, 432 dk, 1gün, 3gün, 10gün ve 30 gün olarak belirlemişlerdir. Daha sonra araştırmacılar salınım süresi olarak bunlara benzer zamanları belirlemişlerdir (Çetingüç 2005, Altıntaş 2007). Bu çalışmada da 3dakika, 24saat, 7 gün ve 30 gün olarak benzer zaman periyotları kullanmıştır. Çalışmaların tümünde artık monomer salınımı ilk zaman periyodunda yüksek bulunmuştur. Sonraki zamanlarda bir artış görülmüş ancak bu artışın düşük olduğu rapor edilmiştir (Gerzina ve Hume 1995, Hamid ve Hume 1997, Çetingüç 2005, Altıntaş 2007). Bu sonuçlara paralel olarak, çalışmamızda, ilk zaman periyodu olan 3.dakikada, en yüksek salınım tespit edildi. Ayrıca, zaman periyotlarında bir artış olmasına rağmen bu artışın oldukça düşük olduğu saptandı. Her bir zaman periyodundaki artık monomer salınımları önemli görünse de, klinik uygulamalar düşünüldüğünde toplam salınım miktarı daha çok önem kazanmaktadır.

Moharamzadeh ve arkadaşları (2007), TEGDMA'nın, serum içeren salınım sıvılarında 7 gün gibi uzun süre bekletilmesinden sonra HPLC ile belirlenemediği, bunun nedeninin de serum içerisinde bulunan çeşitli enzimlerle TEGDMA'in

enzimatik bozulması neticesinde gerçekleştiğini savunmuşlardır. Aynı çalışmada BisGMA ve UDMA'nın kullanılan hiçbir solüsyonun içerisine salınmadığını ve Bis-GMA ve UDMA'nın suda çözünürlüklerinin olmadığını iddia etmişlerdir. Bu çalışmada da Bis-GMA ve UDMA distile su içerisinde tespit edilmemiştir.

Yapılan bir çalışmada, TEGDMA, 30 ve 100 günlük örnekleme süreleri arasında tespit edilmesine rağmen, salınımın büyük bir kısmının ilk 10 günde tamamlandığı savunulmuştur (Hume ve Gerzina 1996). Ayrıca TEGDMA'nın yüksek oranlarda salınımının örneklerin ilk hazırlandığı 0-4 dakikalar arasında görüldüğü aynı araştırmacılar tarafından belirtilmiştir (Hume ve Gerzina 1996). TEGDMA ve HEMA pulpa boşluğu sıvısında tespit edilebilirken diğer monomerlerin de sıvının içinde olabileceği ancak dentin sıvısına geçen miktarın HPLC'nin belirleyebileceği sınırın çok altında olmasından kaynaklanabileceği sonucuna varılmıştır (Hume ve Gerzina 1996). Ayrıca serum içeren mediumun kullanıldığı bir çalışmada, TEGDMA'nın 24 saat inkübasyon süresinden hemen sonra alınan örneklerde gözlemlendiği, fakat serum içeren medium içerisinde 7 günden sonra tespit edilemediği bildirilmiştir. Bunun nedeni olarak da serumun içinde bulunan çeşitli enzimlerin TEGDMA'yı uzun vadede enzimatik bozulmaya uğratmaları olduğunu savunmuşlardır (Moharamzadeh ve ark 2007).

Bu çalışmada kullanılan adeziv sistemler en son kullanıma sunulan self-etch adeziv sistemlerdir. Bu sistemlerin kullanılmasının sebebi birincil olarak içeriklerinin araştırılacak monomerleri içermesi, ikincil olarak da derin dentin kavitelerinde self-etch sistemlerin kullanılmasının tavsiye edilmesidir. Kalan dentin kalınlığının 0.3mm'den daha az olduğu, asitlemeden sonra tek basamaklı adeziv sistemin uygulandığı bir histolojik çalışmada, etch&rinse adeziv sistemlerin kullanılmasının bu dentin kalınlığında uygun olmadığı belirtilmiştir (Souza Costa ve ark 2003).

Ayrıca self-etch sistemlerden pH'sı yüksek olanlar, etch&rinse sistemler kadar etki göstermektedir. Hatta zayıf asidik self-etchlerin bile smear tabakalarından dentin tübüllerine geçerek rezin tagları oluşturdukları SEM fotoğraflarıyla gösterilmiştir (Ülker 2006). Bu çalışmada uyguladığımız XP BondTM adeziv sistemi diğer adeziv sistemlere göre daha asidik pH'a sahiptir. İnce dentin kalınlıklarında XP

Bond™ a ait artık monomer geişinin daha fazla olması, XP Bond™ un uygulandıėı yüzeydeki smear tabakasını daha fazla uzaklaştıırıp dentin tübüllerinin aėzındaki smear tıkalarını kaldırıp geirgenliėin arttırılmasıyla açıklanabilir.

Mineden farklı olarak, dentin dokusu ierisinde bulunan tübüllerin iinin dentinal sıvı ile dolu olması dentin dokusunu daha zor alıılır hale getirmektedir. Nemli dentin üzerine uygulanan adeziv sistemler polimerizasyonlarını tamamlayamazlarsa bu materyallerden monomerler salınmaya devam eder. Salınan bu monomerler ise dentin tübüllerinden geerek pulpaya ulaşabilir (Gerzina ve Hume 1995, Hume ve Gerzina 1996, Hamid ve Hume 1997, etingü 2005).

alıışmalarda dentin disklerinden ziyade, pulpa odası boşaltılmış ve kavite açılmış diř-kron sistemleri (Hume 1985, Hamid ve Hume 1997, etingü 2005, Altıntaş 2006) kullanılmıştır. Ancak bu alıışmalarda pulpa boynuzlarının varlıėından dolayı kalan dentin kalınlıėının standardizasyonunu saėlamak problem olmuştur. Bu yüzden alıışmamızda Pashley ve arkadaşlarının (1986) tarif ettiėi şekilde dentin diskleri kullanılmıştır. Her bir diřten bir dentin diski elde edilecek şekilde hazırlanan dentin diskleri beř bölgesinden diėital mikrometre ile ölçölmüştür. alıışmada ± 0.020 mm aralıėında olan diskler kullanılmıştır. Literatürde genellikle 3.6-0.4mm arasındaki kalınlıklardaki dentin disklerinin kullanımına yönelik artık monomer salınım alıışmaları vardır (Gerzina ve Hume 1995, Hamid ve Hume 1997, etingü 2005). En ince dentin kalınlıėına sahip ($0,3 \pm 0.020$ mm) dentin disklerinde 27 gauge apında perforasyon oluřturularak perforasyonlu dentin disklerinin kullanıldıėı alıışmamız literatürdeki ilk alıışma olabilir. Ayrıca bu alıışma ile 4 farklı dentin kalınlıėının aynı anda karşılaştırılabilme imkanı da doėmuştur.

İnsan dentin disklerinin yanı sıra sığır dentin disklerinin de kullandıėı in vitro alıışmalar mevcuttur (Schmalz ve ark 2001, Schmalz ve ark 2002, Ülker 2009). İnsan dentin diskleri ile sığır dentin disklerinin farklı geirgenliklere sahip olduėu bildirilmiştir (Schmalz ve ark 2001). Bu özelliėine raėmen insan dentin diskleri alıışmalarda kullanılmaya devam edilmektedir. Bunun nedeni ise, klinikte esas alıışılan doku olmasından kaynaklanmaktadır. Bu tez alıışmasında da insan molar diřinden elde edilmiş dentin diskleri kullanılmıştır. Ayrıca sığır santral diřleri ile insan süt ve daimi molar diřlerinden elde edilen koronal dentin arasında tüböl

sayısı bakımından fark görülmemesi (Schilke ve ark 2000) çalışmada insan dentin diskleri kullanımımızı desteklemektedir.

Dentin geçirgenliğini etkileyen önemli faktörlerden biri de smear tabakasıdır. (Pashley ve Carvalho 1997). Di Lenarda ve arkadaşları (2000), dentin diskleri elde edilirken pulpa yüzeyinde oluşacak smear tabakasını elimine etmek için sitrik asit kullanmışlardır. Benzer şekilde bu çalışmada da sitrik asit kullanılmıştır. Dentin disklerinin üst kısmında da oluşan smear tabakası varlığı kullanılan adeziv sistemlerin bağlanma mekanizmalarını etkileyecektir. Pulpa basıncının rezin simanların bağlanma dayanımlarını düşürdüğü bildirilmiştir (Mazzitelli ve ark 2008, Hiraishi ve ark 2009). Bazı rezin simanlarda, oluşan bu düşüş çok belirgin değildir. Bunun nedeni de smear tabakası ile kaplı dentin yüzeyinde oluşan kısıtlı demineralizasyonla açıklanmıştır (Mazzitelli ve ark 2008, Hiraishi ve ark 2009). Smear tabakası varlığında dentin tübüllerinin girişleri smear tıkaçları ile kapalıdır, bu da dentin geçirgenliğini azaltır. Pulpa basıncı oluşturulduğunda, dentinin aşırı nemlenmesi (Hiraishi ve ark 2009) rezinlerin polimerizasyonunu bozar, bu durum hem bağlantının hem de biyouyumluluğun bozulmasına yol açar. SEAs'ler hidrofilik monomerleri içerdikleri için dentin nemliliğini tolere edebilirler, ancak aşırı nemlilik adeziv sistemde diluasyona neden olur ve polimerizasyonları yetersiz kalabilir. Zaten dentin geçirgenliğinin en yüksek olduğu pulpaya yakın bölgede ve dentin kalınlığının çok düşük olduğu örneklerde yüksek HEMA salınımı olmasının nedeni bu olarak gösterilebilir.

Kalan dentin kalınlığı, pulpayı artık monomerin etkilerinden lokal olarak korusa da sistemik toksiteleri bir risk oluşturmaktadır (Gerzina ve Hume 1996). Pulpa basıncının varlığında bile dentin kalınlıklarından geçişin olduğu, dentin kalınlığının 0.5 mm ve 0.3 mm'ye düşmesiyle düşük molekül ağırlıklı HEMA'nın geçişinin önemli derecede daha fazla ve hızlı olduğu bu çalışmada gözlenmiştir.

Çalışmamızda hem kalan dentin kalınlığının azaldığı, hem de perforasyon alanının olduğu 0.3 mm kalınlıktaki dentin diski örnekleri bu durumu örneklemek için kullanılmıştır. Genellikle perforasyonlar dentin kalınlığının azaldığı yerlerde pulpa boynuzları bölgesinde olmaktadır. Bu alanın bakteriden izolasyonunu sağlamak önemlidir. Perforasyon bölgesinde pulpa sıvısı dışarı çıkmakta ve bu

bölgede daha fazla nem ile karşılaşan adeziv sistem yeterli derecede polimerize olamamakta ve polimerize olmamış monomer ortamdan pulpaya doğru salınmaktadır. Bu çalışmada da distile su ile adezivin direkt temasının sağlandığı perforasyonlu 0.3mm dentin kalınlığındaki artık HEMA geçişinin, 0.5mm dentin kalınlığındakinden oldukça fazla olduğu tespit edilmiştir. Diğer kalınlıklardan geçişi hiç tespit edilmeyen TEGDMA'nın perforasyonlu 0.3mm dentin kalınlığından 4 örnekte geçtiği tespit edilmiştir. Bu yüzden perforasyonlu bölgelerde pulpa üzerine direkt adeziv uygulaması büyük risk oluşturabilir.

Dentin kanallarından salınan artık monomerler pulpa yoluyla sistemik etki gösterebilirken, restorasyon yüzeyinden salınan monomerler diş eti, ağız mukozası gibi çevre dokuları da etkiler. Adeziv sistemlerden çevre dokulara HEMA, TEGDMA, Bis-GMA ve UDMA gibi farklı monomerlerin salındığı bilinmektedir. Çalışmamızda kullandığımız Clearfil S³ Bond, BisGMA ve HEMA, XP BondTM UDMA, TEGDMA ve HEMA, Adper SE Plus Bond UDMA, TEGDMA ve HEMA içermektedir. Buna paralel olarak, distile suyun salınım sıvısı olarak kullanıldığı çalışmamızda, içeriğinde olmasına rağmen Bis-GMA'ya Clearfil S³ Bond'dan, UDMA'ya da XP BondTM'dan salınan monomerler arasında rastlanmamıştır. XP BondTM ve Adper SE Plus Bond'da salınan monomerler olmasına rağmen sadece 4 örnekte TEGDMA tespit edilmiştir. HEMA'nın ise tüm gruplarda 2mm dentin kalınlığından bile geçtiği görülmüştür. Bunun nedeninin de HEMA'nın yüksek hidrofilitesi ve düşük molekül ağırlığı nedeniyle yüksek hareket kabiliyeti olduğu düşünülmektedir.

Monomerlerin pulpaya geçişi ile ilgili az sayıda çalışma vardır (Gerzina ve Hume 1995, Hamid ve Hume 1997, Çetingüç 2005). Sadece Gerzina ve Hume (1995) pulpa basıncı uygulayarak 1.6-2mm arasında kalan dentin kalınlıklarından geçen artık monomer miktarını ölçmüşlerdir. Sonuçta, pozitif pulpa içi basıncın HEMA ve TEGDMA'nın dentinden geçişini engellemediği görülmüş ve basıncın HEMA ile TEGDMA'nın salınımı üzerine farklı etki ettiği bulunmuştur ve hiçbir örnekte Bis-GMA ve UDMA'ya rastlanmamıştır. Ayrıca Bis-GMA ve UDMA'nın dentinden molekül ağırlıkları oldukça büyük olduğundan (Moharamzadeh ve ark 2007) dentin tübüllerinden geçmemiş olabileceği de düşünülebilir. Bu sonuçlara

paralel olarak, çalışmamızda hiçbir örnekte Bis-GMA ve UDMA'ya rastlanmamıştır. Pulpa basıncı varlığında tüm örneklerde HEMA geçişi olmuştur. TEGDMA, sadece 4 örnekte gözlemlendiğinden, istatistiksel değerlendirmeye alınmamıştır. Böylece pulpa basıncının monomerlerin geçişine farklı etki ettiği de görülmüştür. Hamid ve Hume (1997) distile suya farklı kalınlıklardan geçen monomer miktarını ölçmüşler sonuçta dentin kalınlıklarının artışı ile monomer geçişi arasında ters orantı bulmuşlardır. Benzer şekilde çalışmamızda da dentin kalınlığı azaldıkça geçen HEMA miktarı önemli oranda artmıştır.

Bir çalışmada, fare böbrek kanallarında TEGDMA ve HEMA glukoneogenez bakımından karşılaştırılmıştır. Karbonhidratlardan orijin almayan karbon zincirlerinden glukoz sentez edilmesi olayına glukoneogenez denilmektedir. Aynı çalışmanın sonuçlarında TEGDMA, HEMA'dan 10 kat daha yüksek glukoneogenez inhibisyonu yaptığı gözlenmiştir. Bu durumun TEGDMA'nın "*Yağda çözünülebilirlik*" özelliğinden kaynaklandığını iddia etmişlerdir (Reichl ve ark 1999). HEMA'dan daha hidrofobik olan TEGDMA'nın hücre zarından daha iyi penetre olmasını ve daha çok glukoz oluşturmaması, böylece hayvan ve hücre sitotoksikite testlerinde daha sitotoksik olmasını açıklayabilir (Reichl ve ark 1999). Ancak bu çalışmada salınma sıvısının distile su olmasından dolayı daha hidrofobik olan TEGDMA sadece 4 örnekte tespit edilebilmiş olabilir.

HEMA'nın molekül ağırlığı 130.14g/mol, TEGDMA'nın 286.33g/mol, UDMA'nın 470.57g/mol ve Bis-GMA'nın 512.59g/mol dir. Düşük molekül ağırlığına sahip olan HEMA salınım sıvısına dentin tübüllerinden geçerek ilk 3 dakikada pulpa boşluğuna ulaşmıştır. Azalan dentin dokusuna göre geçen miktar artmıştır. Buna benzer olarak Gerzina ve Hume (1995), insan dentin disklerinden pulpa basıncı varlığında ve yokluğunda pulpa boşluğuna salınan monomerleri ölçmüşlerdir. Pulpa basıncı yokluğunda pulpa boşluğuna geçen monomer salınımın yüksek olduğunu görmüşlerdir. Ancak yine de yapılan çalışmalarda geçen konsantrasyonların sitotoksik olan konsantrasyonlardan daha düşük olduğu bildirilmiştir (Gerzina ve Hume 1995, Kaga ve ark 2001). Reichl ve ark (2001) kompozitlerin bileşenlerinin sitotoksikitesini değerlendirdikleri bir çalışmada, HEMA'nın $14.10E-3$ M değerinin sitotoksik olduğunu rapor etmişlerdir. Bu

çalışmada ise perforasyonlu 0.3mm dentin kalınlığından geçen maksimum HEMA miktarı olan $6,701.10E-3 M$ 'ın bile bu değerin altında olduğu tespit edilmiştir.

Gerzina ve Hume (1995), taklit edilen pulpa basıncı varlığında 1.6 ± 2.0 mm dentin kalınlıklarından HEMA ve TEGDMA geçişini HPLC ile değerlendirmişler, sonuçta pulpa basıncının monomer difüzyonunu engellemediğini bulmuşlardır. Bu çalışmaya benzer şekilde çalışmamızda tüm dentin disklerinde kalınlıklarla ters orantılı bir şekilde artık monomer geçişi olmuştur. Çetingüç ve arkadaşları (2007)'nın yaptığı bir çalışmada, genç ve yaşlı süt dişlerinden elde edilen 1mm kalınlıktaki dentinlerden de pulpa yönünde HEMA geçişi olmasına rağmen daha genç olan, yani 2,5-3 yaş grubundan elde edilen süt dişlerinde daha fazla geçirgenlik gözlenmiştir. Bu değerler de çalışmamızdaki gibi güvenli sınırlar içerisinde bulunmuştur.

Yapılan çalışmalarda, adeziv sistemlerin içeriğinin toksik potansiyelinden çalışmalarda bahsedilmiştir (Ratanasathien ve ark 1995, Schmalz ve ark 2002, Franz ve ark 2009). HEMA veya TEGDMA gibi hidrofilik monomerler Bis-GMA ve UDMA gibi hidrofobik monomerlerden daha az derecede sitotoksiktirler. Çok sayıda monomerden oluşan sistemler, tek monomerden ya da daha az sayıda monomer içeren sistemlerden daha az sitotoksik bulunmuştur. Daha az toksisite gösteren bu hidrofilik monomerler daha toksik olan hidrofobik büyük monomerler için taşıyıcı olarak görev görebilirler (Ratanasathien ve ark 1995, Schmalz ve ark 2002). Farklı monomerlerin etkileşimi sinerjik etki ile tek monomerden oluşan toksisiteyi daha da arttırabilir (Schmalz ve ark 2002).

Adeziv materyallerin polimerizasyonlarında günümüzde QTH ve LED ışık cihazları yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu cihazların ışık yoğunluğu, süresi, uygulama uzaklığı ve adezivin içerdiği polimerizasyonu başlatıcı maddenin duyarlılığı gibi pek çok faktör adezivlerin polimerizasyon derecesine etki etmektedir. Rahiotis ve ark (2004) yapmış olduğu araştırmada, QTH, Plazma ark ve LED ışık cihazlarını karşılaştırmış, sonuçta restoratif rezinlerde polimerizasyon işleminde oluşan C=C çift bağlarının dönüşümünü QTH ışık cihazının daha iyi sağladığını bildirmiştir. Bu çalışmada da QTH ışık cihazıyla polimerize edilen tüm gruplardaki

HEMA geişinin, LED cihazı ile polimerize edilen gruplardan geen HEMA miktarından daha dűşűk olduėu bulunmuştur. QTH ışıık cihazlarının C=C çift baėlarının dűnűşűműnű daha iyi saėlayabilmesinden artık monomer oluşturunun daha dűşűk olduėu ve bu nedenle salınan HEMA miktarının QTH ile polimerize edilen űrneklerde daha az olduėu sűylenabilir.

İntrapulpal sıcaklıėın 11,2° C den daha fazla artmasının pulpada geri dűnűşűműz hasar oluşturduėu literatűrde bilinmektedir (Hilton ve Summit 2006). QTH ışıık cihazları LED ışıık cihazlarına gűre pulpada daha fazla sıcaklıık artışına neden olur (Knezević ve ark 2001), ancak bu durum polimerizasyonda uygulama sűresi kısaltıldıėında űnemini yitirmektedir. Bu alıştamada kullanılan adeziv sistemlerin hepsi űretici firma talimatlarına uygun olarak 10 saniyelik uygulama sűresine sahiptir. Sıcaklıık artışı uzun sűre devam ederse pulpaya zarar verebilir (Little ve ark 2005).

Reaksiyona girmemiştű artık monomerler rezin materyallerden polimerizasyon űncesinde veya sonrasında salınırlar. Yetersiz ışıık aktivasyonu dűşűk polimerizasyon derecesine neden olan artık monomerlerin seviyesini arttırır (Spagnuolo ve ark 2004). Salınan artık monomerlerin miktarı polimerizasyon iin kullanılan ışıık cihazına baėlı olarak deėiştűbilir (Gagliani ve ark 2002, Spagnuolo ve ark 2004, Tabatabaee ve ark 2009). Adeziv sistemlerin, farklı ışıık cihazları ile polimerizasyon sonrasında endotel hűcrelerinde oluşturdukları sitotoksisite ve oksidatif streslerin deėerlendirildiėi bir alıştamada, en sitotoksik ıkan adeziv sistemin LED ile polimerize edildiėi bildirilmiştűr (Spagnuolo ve ark 2004). Aynı araştırmacılar, hűcre kűltűrlerinde gűrűlen bu oksidatif streslerin yetersiz polimerizasyon sonucu, adeziv sistemlerden salınan reaktif ierikten kaynaklandıėını savunmuşturlardır.

Kullanılan ışıık cihazının TEGDMA salınımını etkilediėini savunan bir alıştamada, salınma solűsyonu olarak suyun kullanıldıėı gruplarda QTH'nin LED'lerden daha ok TEGDMA monomeri salınımına yol atıėı gűsterilmiştűr (Tabatabaee ve ark 2009). Yapılan bir alıştamada QTH ve Plazma ark gibi farklı ışıık yoėunluėuna (200 ve 1800 mW/cm) sahip ışıık cihazları ile polimerize edilen BisGMA/TEGDMA gibi apraz baėlı dimetakrilat sistemlerin ışıık yoėunluėu yűksek olan Plazma ark sıcaklıėın da yűkselmeye neden olduėundan daha iyi çift baė deėiştűm oranını gűsterdiėini savunmuşturlardır. Bűylelikle oluştuműş olan çift baėların

hem ısı, hem de ışığın etkisiyle oluştuğu söylenmiştir (Lovell ve ark 2003). Bu çalışmada QTH ışık cihazları ışıkla birlikte ısı da oluşturmaktadırlar. Dolayısıyla ısı artışı ile polimerizasyon derecesinin de arttırmış olabileceği söylenebilir. Ayrıca QTH ışık kaynaklarının dalga boyunun daha geniş bantta (400-500nm) olması, dolayısıyla kamferokinon dışındaki diğer polimerizasyon başlatıcılara da etkisi olabilir.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada, in vitro ortamda oluşturulan pulpa basıncı varlığında, 2mm, 1mm, 0.5mm ve perforasyonlu 0.3 mm dentin kalınlıkları üzerine uygulanan 3 farklı adeziv sistemin, 2 farklı ışık cihazı ile polimerizasyonu sonrası 3.dakika, 24.saat, 7.gün ve 30.günde salınan artık monomer miktarı araştırılmış, çalışmanın yürütüldüğü deneysel koşulların sınırlılıkları içerisinde aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

1. Distile su, salınım sıvısı olarak kullanıldığında Bis-GMA ve UDMA'ya rastlanmadığı, TEGDMA'ya da sadece 0.3mm perforasyonlu dentin disklerinde 4 örnekte tespit edildiği gözlenmiştir. Dentin kalınlıklarından HEMA geçişi ise tüm gruplarda görülmüştür.
2. Dentin kalınlığı azaldıkça adeziv sistemlerden salınan HEMA miktarının ters orantılı olarak anlamlı derecede arttığı ve dentin kalınlıklarından geçen HEMA miktarının düşükten yükseğe doğru sırasıyla $2\text{mm} < 1\text{mm} < 0.5\text{mm} < 0.3\text{mm}$ olduğu bulunmuştur.
3. XP Bond™ adeziv sisteminin tüm zamanlarda perforasyonlu 0.3mm, 0.5mm ve 1mm dentin kalınlıklarındaki HEMA salınımının diğer adeziv sistemlerin salınımından daha yüksek olduğu görülmüştür.
4. Tüm dentin kalınlıklarında Clearfil™ S³ Bond ile Adper SE Plus Bond adeziv sistemleri arasında HEMA geçişi miktarı bakımından tüm ışık cihazları gruplarında ve tüm zamanlarda istatistiksel farklılık bulunmazken bu her iki adeziv sistemden salınan HEMA miktarının XP Bond™ 'dan daha az olduğu tespit edilmiştir.
5. LED ışık cihazının QTH'a göre genel olarak daha fazla HEMA salınımına neden olduğu bulunmuştur.
6. En yüksek miktarda geçen HEMA miktarı, perforasyonlu 0.3mm dentin kalınlığı üzerine uygulanan XP Bond™ adeziv sisteminin LED ışık cihazı ile polimerizasyonundan sonra 3.dakikada tespit edilmiştir.

7. En düşük HEMA miktarı, 2mm dentin kalınlığı üzerine uygulanan Clearfil™ S³ Bond adeziv sisteminin QTH ışık cihazı ile polimerizasyonundan sonra 3.dakikada görülmüştür.
8. Tüm zaman aralıkları arasında en çok salınımın ilk 3 dakikada gerçekleştiği daha sonraki zamanlarda ise çok daha az salınımın olduğu bulunmuştur.
9. Tüm gruplardan geçen HEMA miktarlarının sitotoksik değerlerin altında olduğu görülmüştür.

Çalışmamızın sonuçlarına göre adeziv sistemlerin ve ışık cihazlarının yanı sıra, farklı dentin kalınlıklarının, artık HEMA geçişini direkt olarak etkilediği açıktır. Bu yüzden klinik uygulamalarda sağlam dentin dokusunu korumak önemlidir. Sağlam dentin dokusunun korunamadığı, özellikle dentin kalınlığının 0.5 mm ve daha az olduğu durumlarda dentin kanallarından pulpaya artık monomer geçişini önleyebilmek adına izolatör maddelerinin kullanımı tavsiye edilebilir.

6. ÖZET

T.C.

SELÇUK ÜNİVERSİTESİ

SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Farklı Işık Cihazları ile Polimerize Edilen Çeşitli Adeziv Sistemlerden Farklı
Dentin Kalınlıkları Altında Salınan Artık Monomerlerin Yüksek Basıncılı Likit
Kromatografisi ile Analizi

“Şerife Tuba BÜYÜKÖZER”

Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı

DOKTORA TEZİ / KONYA- 2009

Adeziv sistemler kompozit rezinlerin diş dokularına iyi bir şekilde bağlanması için geliştirilmiştir. Adeziv sistemlerin içeriğinde; polimerizasyon başlatıcılar, inhibitörler, stabilizatörler, çözücüler, inorganik doldurucular ve en önemlisi monomerler bulunmaktadır. Polimerizasyonda monomerlerin tamamının polimere dönüşmeyerek “artık monomer” lerin kaldığı bilinmektedir. Bu artık monomerler ise, pulpa ve çevre dokulara salınmaktadır. Ancak yeterli dentin kalınlığı, pulpa basıncı varlığında ve uygun ışık cihazı kullanımı ile, artık monomerlerin pulpaya geçişi bir miktar sınırlandırıldığı da düşünülmektedir. Bu çalışmanın amacı; 4 farklı dentin kalınlığı üzerine uygulanan ve 2 farklı ışık cihazı ile polimerize edilen 3 farklı adeziv sistemden salınan artık monomerlerin çeşitlerini, miktarlarını ve salınma zamanlarını tespit etmektir.

Bu çalışmada 25-45 yaş grubundaki bireylerin yeni çekilmiş üçüncü molar dişleri kullanıldı. Bu dişlerden 4 farklı kalınlıkta (0,3 mm 30 gauge(=0,306mm) çapında perforasyonlu, 0,5 mm, 1 mm, 2 mm) elde edilen dentin diskleri, distile su bulunan silikon hortumlara yapışkan mumla sabitlendi. Pulpa basıncını taklit etmek amacıyla düzenekte silikon hortumlarla hava kompresörüne 15cm H₂O basınç ile bağlandı. Düzeneğe sabitlenen dentin diskleri üzerine Clearfil™ S³ Bond, XP Bond™, Adper SE Plus Bond adeziv sistemler uygulandı. Polimerizasyonda Kuartz tungsten halojen (QTH) ve Light-emitting diodes (LED) ışık cihazları kullanıldı. Üç dakika, 24 saat, 7 gün ve 30 gün zaman aralıklarında 1 ml’lik numunelerdeki monomer düzeyleri Yüksek basınçlı likit kromatografisi (HPLC)

ile belirlendi. Grupların genel ve ikili karşılaştırmalarında tek yönlü varyans analizi, Tukey HSD testi, bağımlı t-testi ve bağımsız t-testi kullanıldı.

Çalışmanın sonucunda adeziv sistemlerden tüm zaman periyotlarında HEMA salındığı görüldü. Özellikle dentin kalınlığının azaldığı, polimerizasyonda QTH yerine LED ışık cihazlarının kullanıldığı gruplarda 3.dakikada diğer zamanlara göre daha yüksek HEMA miktarı bulundu. Dentin kalınlığı azaldıkça adeziv sistemlerden salınan HEMA miktarının ters orantılı olarak anlamlı derecede arttığı ve dentin kalınlıklarından geçen HEMA miktarının düşükten yükseğe doğru sırasıyla $2\text{mm} < 1\text{mm} < 0.5\text{mm} < 0.3\text{mm}$ olduğu bulundu. Tüm dentin kalınlıklarında Clearfil™ S³ Bond ile Adper SE Plus Bond adeziv sistemleri arasında HEMA geçişi miktarı bakımından her 2 ışık cihazları gruplarında ve tüm zamanlarda istatistiksel farklılık bulunmazken, bu her iki adeziv sistemden de, XP Bond™'a göre daha az HEMA salındığı tespit edildi. Polimerizasyondan sonra LED ışık cihazının QTH'a göre genel olarak daha fazla HEMA salınımına neden olduğu görüldü. Tüm zaman aralıkları arasında en çok salınımın ilk 3 dakikada gerçekleştiği daha sonraki zamanlarda ise çok daha az salınımın olduğu bulundu.

Sonuç olarak, bu çalışmada kalan dentin kalınlığı, adeziv sistemlerin ve ışık cihazlarının artık HEMA geçişini önemli derecede etkilediği görüldü. Özellikle 0.5mm ve 0.3mm dentin kalınlığında bazı adeziv sistemlerden önemli derecede HEMA salınabileceği görüldü.

Anahtar Sözcükler: Adeziv sistemler, Artık monomer, HPLC, Işık Cihazları, Kalan dentin kalınlığı.

7. SUMMARY

T.C.

SELÇUK ÜNİVERSİTESİ

SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

High Pressure Liquid Chromatography Analysis of Residual Monomers
Released under Various Thickness of Dentin Adhesive Systems Used with Different
Light Sources

“Şerife Tuba Büyüközer”

Department of Operative Dentistry

PhD THESIS / KONYA-2009

Adhesive systems are developed for well bonding of composite resins to tooth tissues. Adhesive systems generally contain curing initiators, inhibitors or stabilizers, solvents and even inorganic fillers and most importantly monomers. It is known that, not all of the monomers are transformed into polymers totally and traces of residual monomers are observed. These residual monomers are diffused to pulp tissue and surroundings, but in the existence of adequate dentin thickness, pulpal pressure and with the help of appropriate light source, it is believed that permeation to pulp could be restrained. The aim of this study was to determine the types, amounts and release times of residual monomers from 3 different adhesive systems that were applied to 4 different dentin thicknesses and polymerized with 2 different light sources.

Third human molar teeth from patients between 25-45 years of ages were used in this study. Dentin discs with four different thicknesses (0.3 mm perforated, 0.5 mm, 1 mm, 2 mm) were fixed to the ends of silicon hoses full of distilled water. To imitate the pulpal pressure, air pressure of 15 cm water column was applied to the other ends of the hoses. Adhesive systems, ClearfilTM S³ Bond, XP BondTM, Adper SE Plus Bond were applied on the discs. For polymerization, Quartz tungsten halogen (QTH) and Light-emitting diodes (LED) were used as light sources. Samples from the distilled water were collected 3 minutes, 24 hours, 7 days and 30 days after the application of adhesive systems and

the monomer concentration levels were determined with High Performance Liquid Chromatography (HPLC) analysis. The results were analyzed with one-way analysis of variance, Tukey HSD test and unpaired and paired two-sample t-tests.

The main finding obtained from this study was that HEMA was released at all time periods. Especially, higher amount of HEMA release was observed at the 3rd minute reading with thinner dentin discs and LED applied adhesives. As the dentin thickness decreased, the HEMA released from adhesive systems were observed to increase. For all the dentin thicknesses, all light sources and all timeframes, there was no significant differences between the release of HEMA for ClearfilTM S³ Bond and Adper SE Plus Bond. Additionally, the release of HEMA for the XP BondTM group was observed to be higher than the other two adhesive systems. After polymerization, the QTH cured group showed more release of HEMA than the LED cured group. Comparing the release of HEMA through time showed that the highest release was observed at 3rd minute and further readings proved less amount of HEMA release.

As a result, different dentin thickness, adhesive systems and light sources were effected HEMA release. Particularly, HEMA release from some of adhesive systems at 0.5mm and 0.3mm different dentin thicknesses are need to be pointed out.

Keywords: Adhesive systems, Residual Monomer, HPLC, Light Sources, Remaining Dentin Thickness

8. KAYNAKLAR

- About I, Camps J, Burger AS, Mitsiadis TA, Butler WT, Franquin JC. Polymerized bonding agents and the differentiation in vitro of human pulp cells into odontoblast-like cells. *Dent Mater.* 2005;21:156-63.
- Al-Hiyasat AS, Darmani H, Elbetieha AM. Effects of bisphenol A on adult male mouse fertility. *Eur J Oral Sci.* 2002;110:163-7.
- Al-Hiyasat AS, Darmani H, Elbetieha AM. Leached components from dental composites and their effects on fertility of female mice. *Eur J Oral Sci.* 2004;112:267-72.
- Al-Hiyasat AS, Darmani H, Milhem MM. Cytotoxicity evaluation of dental resin composites and their flowable derivatives. *Clin Oral Invest.* 2005;9:21-5.
- Allen KW. Adsoption theory of adhesion In: Packham DE. *Handbook of adhesion*, 2nd Ed, Chichester, John Wiley&Sons Ltd,2005;38-40,473.
- Altıntaş S, Usumez A. Evaluation of monomer leaching from a dual cured resin cement. *J Biomed Mater Res Part B:Appl Biomater.* 2008;86:523-9.
- Altıntaş S. Farklı Rezin Simanların Artık Monomer Salınımının In Vitro Şartlarda İncelenmesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 2007, Doktora Tezi, Konya.
- Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater.* 1998;14:51-6.
- Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci.* 2001;109:282-5.
- Bae JH, Cho BH, Kim JS, Kim MS, Lee IB, Son HH, et al. Adhesive layer properties as a determinant of dentin bond strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2005;74:822-8.
- Bergenholtz G. Evidence for bacterial causation of adverse pulpal responses in resin-based dental restorations. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2000;11:467-80.
- Berkovitz BKB, Holland GR, Moxham BJ. *Dental pulp*. In: *Oral Anatomy, Embryology and Histology*, third edition. London, Mosby, 2002;149-67.
- Bogen G, Kim JS, Bakland LK. Direct pulp capping with mineral trioxide aggregate: an observational study. *J Am Dent Assoc.* 2008;139:305-15.
- Botsalı MS. Rezin esaslı fissur örtücülerin farklı ışık kaynakları le polimerizasyonu sonrasında açığa çıkan artık monomer miktarının, yüzey sertliğinin ve bağlanma dayanımının araştırılması. Doktora Tezi, Konya, 2008.
- Bouillaguet S, Wataha JC, Hanks CT, Ciucchi B, Holz J. In vitro cytotoxicity and dentin permeability of HEMA. *J Endod.* 1996;22:244-8.
- Bowen RL. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. IV. Bonding to dentin, enamel, and fluorapatite improved by the use of a surface-active comonomer. *J Dent Res.* 1965;44:906-11.
- Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955;34:849-53.
- Buonocore M, Wileman W, Brudevold F. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res.* 1956; 35:846-851.
- Burrow MF, Inokoshi S, Tagami J. Water sorption of several bonding resins. *Am J Dent.* 1999;12:295-8.
- Cadenaro M, Breschi L, Antonioli F, Navarra CO, Mazzoni A, Tay FR, Di Lenarda R, Pashley DH. Degree of conversion of resin blends in relation to ethanol content and hydrophilicity. *Dent Mater.* 2008;24:1194-200.

- Camões IC, Salles MR, Chevitaress O, Gomes LN. Diffusion of Ca(OH)₂ associated with different vehicles: chromatographic study (high-performance liquid chromatography). *J Endod.* 2004;30:30-4.
- Cardoso MV, Moretto SG, de Carvalho RC, Russo EM. Influence of intrapulpal pressure simulation on the bond strength of adhesive systems to dentin. *Braz Oral Res.* 2008 ;22:170-5.
- Carvalho RV, Ogliari FA, de Souza AP, Silva AF, Petzhhold CL, Line SR, Piva E, Etges A. 2-hydroxyethyl methacrylate as an inhibitor of matrix metalloproteinase-2. *Eur J Oral Sci.* 2009;117:64-7.
- Çetingüç A, Ölmez S, Vural N. HEMA diffusion from dentin bonding agents in young and old primary molars in vitro. *Dent Mater.* 2007;23: 302–7.
- Çetingüç A. Üç dentin bağlayıcı sistem uygulaması ile yaşlı ve genç süt dişi dentininden geçen HEMA miktarının belirlenmesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 2005, Doktora Tezi, Ankara.
- Chang JC. Amalgam repair with a 4-META resin. *J Prosthet Dent.* 2004;92:506–7.
- Ciucchi B, Bouillaguet S, Holz J, Pashley D. Dentinal fluid dynamics in human teeth, in vivo. *J Endod.* 1995;21:191-4.
- Cox CF, Subay RK, Ostro E, Suzuki S, Suzuki SH. Tunnel defects in dentin bridges: their formation following direct pulp capping. *Oper Dent.* 1996;21:4–11.
- Cox CF, Tarım B, Kopel H, Gürel G, Hafez A. Technique sensitivity: biological factors contributing to clinical success with various restorative materials. *Adv Dent Res.* 2001;15:85-90
- Darmani H, Al-Hiyasat AS. The effects of BIS-GMA and TEGDMA on female mouse fertility. *Dent Mater.* 2006;22:353–8.
- Darmani H, Al-Hiyasat AS. The resin monomer triethylene glycol dimethacrylate exhibits reproductive toxicity in male mice. *Reprod Fertil Dev.* 2005;17:401–6.
- De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 2005;84:118–32.
- Di Lenarda R, Cadenaro M, Sbaizero O. Effectiveness of 1 mol L⁻¹ citric acid and 15% EDTA irrigation on smear layer removal. *Int Endod J.* 2000;33:46-52.
- Dickens SH, Kelly SR, Flaim GM, Giuseppetti AA. Dentin adhesion and microleakage of a resin-based calcium phosphate pulp capping and basing cement. *Eur J Oral Sci.* 2004;112:452-7.
- Dönmez N. Rezin-dentin bağlanma dayanımında ve hibrit tabaka zamana bağlı oluşabilecek değişikliklerin in vivo/in vitro incelenmesi (SEM, TEM ve mikrotensile bond çalışması), Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Konya, 2003.
- Du M, Zheng Y. Degree of Conversion and Mechanical Properties Studies of UDMA Based Materials for Producing Dental Posts. *Polym Compos.* 2008;29:623-30.
- El-Araby A, Al-Jabab AJ *Contemp Dent Pract.* The influence of some dentin primers on calcium hydroxide lining cement. 2005;6:1-9.
- Eliades G. Clinical relevance of the formulation and testing of dentine bonding systems. *J Dent.* 1994;22:73-81.
- Engelmann J, Janke V, Volk J, Leyhausen G, Von Neuhoff N, Schlegelberger B, et al. Effects of BisGMA on glutathione metabolism and apoptosis in human gingival fibroblasts in vitro. *Biomaterials.* 2004;25:4573–80.
- Erickson RL. Surface interactions of dentin adhesive materials. *Oper Dent.* 1992;5: 81-94.
- Escribano N, Del-Nero O, de la Macorra JC. Sealing and dentin bond strength of adhesive systems in selected areas of perfused teeth. *Dent Mater.* 2001;17:149-55.
- Faizullaeva NN, Vinnichenko IuA. [Biocompatibility study of some adhesive systems for tooth pulp indirect and direct capping]. *Stomatologiya (Mosk).* 2008;87:11-3.

- Ferracane JL, Greener EH. Fourier transforms infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins-method comparison. *J Dent Res*. 1985;64:1332-6.
- Ferracane JL. Elution of leachable components from composites. *J Oral Rehabil*. 1994;21: 441-52.
- Finer Y, Santerre JP. Influence of silanated filler content on the biodegradation of bisGMA/TEGDMA dental composite resins. *J Biomed Mater Res A*. 2007;81:75-84.
- Franz A, König F, Lucas T, Watts DC, Schedle A. Cytotoxic effects of dental bonding substances as a function of degree of conversion. *Dent Mater*. 2009;25:232-9.
- Franz A, König F, Skolka A, Sperr W, Bauer P, Lucas T, Watts DC, Schedle A. Cytotoxicity of resin composites as a function of interface area. *Dent Mater*. 2007;23:1438-46.
- Fusayama T. Two layers of carious dentine: Diagnosis and treatment. *Oper Dent*. 1979;4:63-70.
- Gagliani M, Fadini L, Ritzmann JM. Depth of cure efficacy of high-power curing devices vs traditional halogen lamps. *J Adhes Dent*. 2002;4:41-7.
- Garberoglio R, Brännström M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch Oral Biol*. 1976;21:355-62.
- Gernhardt CR, Schaller HG, Kielbassa AM. The influence of human plasma used for dentin perfusion on tensile bond strength of different light-curing materials. *Am J Dent*. 2005;18:318-22.
- Gernhardt CR, Bekes K, Hahn P, Schaller HG. Influence of pressure application before light-curing on the bond strength of adhesive systems to dentin. *Braz Dent J*. 2008;19:62-7.
- Gerzina TM, Hume WR. Effect of hydrostatic pressure on the diffusion of monomers through dentin in vitro. *J Dent Res*. 1995;74:369-73.
- Geurtsen W. Substances released from dental composites and glass ionomer cements. *Eur J Oral Sci* 1998;106: 687-95.
- Geurtsen W, Lehmann F, Spahl W, Leyhausen G. Cytotoxicity of 35 composite monomers/additives in permanent 3T3- and three human oral primary fibroblast cultures. *J Biomed Mater Res* 1998a;41:474-80.
- Geurtsen W, Spahl W, Leyhausen G. Residual monomer/additive release and variability in cytotoxicity of light-curing glass-ionomer cements and compomers. *J Dent Res*. 1998b;77:2012-19.
- Geurtsen W, Spahl W, Muller K, Leyhausen G. Aqueous extracts from dentin adhesives contain cytotoxic chemicals. *J Biomed Mater Res*. 1999;48:772-7.
- Geurtsen W. Biocompatibility of resin-modified filling materials. *Crit Rev Oral Biol Med*. 2000;11:333-55.
- Ghavamnasiri M, Maleknejad F, Salhenejad J, Moosavi H. A Histopathological Study of Direct Pulp Capping with Adhesive Resins. *J Dent TUMS*. 2004; 1:18-24.
- Gioka C, Bourauel C, Hiskia A, Kleetsas D, Eliades T. Light-cured or chemically cured orthodontic adhesive resins? A selection based on the degree of cure, monomer leaching, and cytotoxicity. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2005;127:413-9.
- Goossens A. Contact allergic reactions on the eyes and eyelids. *Bull Soc Belge Ophtalmol* 2004;292:11-7.
- Gwinnett AJ, Buonocore MG. Adhesives and caries prevention; a preliminary report. *Br Dent J*. 1965;119:77-80.
- Gwinnett AJ. Smear layer: morphological considerations. *Oper Dent Suppl*. 1984;3:2-12.
- Hafez AA, Kopel HM, Cox CF. Pulpotomy reconsidered: application of an adhesive system to pulpotomized permanent primate pulps. *Quintessence Int*. 2000;31:579-89.
- Hamid A, Hume WR. A study of component release from resin pit and fissure sealants in vitro. *Dent Mater*. 1997;13:98-102.
- Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs. phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. *Oper Dent*. 1999;24:172-80.

- Hasegawa T, Manabe A, Itoh K, Wakumoto S. Investigation of selfetching dentin primers. *Dent Mater.* 1989;5:408–10.
- Heil J, Reifferscheid G, Waldmann P, Leyhausen G, Geurtsen W. Genotoxicity of dental materials. *Mutat Res.* 1996;368:181–94.
- Heyeraas KJ. Pulpal hemodynamics and interstitial fluid pressure: balance of transmicrovascular fluid transport. *J Endodon.* 1989;15:468-72.
- Heymann HO, Bayne SC. Current concepts in dentin bonding: focusing on dentinal adhesion factors. *J Am Dent Assoc.* 1993;124:26-36.
- Hilton TJ, Summit JB, Bonding to enamel and dentin. In: Summit JB, Robbins JW, Hilton TJ, Schwartz RS, editors. *Fundamentals of Operative Dentistry*, 3rd ed, Illinois, Quintessence Publishing Co, Inc. 2006, 101-23.
- Hiraishi N, Yiu CK, King NM, Tay FR. Effect of pulpal pressure on the microtensile bond strength of luting resin cements to human dentin. *Dent Mater.* 2009;25:58-66.
- Hitmi L, Bouter D, Degrange M. Influence of drying and HEMA treatment on dentin wettability. *Dent Mater.* 2002;18:503–11.
- Hofmann N, Hugo B, Klaiber B. Effect of irradiation type (LED or QTH) on photo-activated composite shrinkage strain kinetics. Temperature rise and hardness. *Eur J Oral Sci.* 2002;110: 471-9.
- Holmes RG, Rueggeberg FA, Callan RS, Caughman F, Chan DC, Pashley DH, Looney SW. Effect of solvent type and content on monomer conversion of a model resin system as a thin film. *Dent Mater.* 2007;23:1506-12.
- Hosaka K, Nakajima M, Yamauti M, Aksornmuang J, Ikeda M, Foxton RM, Pashley DH, Tagami J. Effect of simulated pulpal pressure on all-in-one adhesive bond strengths to dentine. *J Dent.* 2007;35:207-13.
- Huber U, Majors RE. *Principles in preparative HPLC*, Almany, Agilent Technologies, 2004, 2-70.
- Hume WR, Gerzina TM. Bioavailability of components of resin-based materials which are applied to teeth. *Crit Rev Oral Biol Med.* 1996;7:172-9.
- Hume WR. A new technique for screening chemical toxicity to the pulp from dental restorative materials and procedures. *J Dent Res* 1985;64:1322-5.
- Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Sano H, Van Meerbeek B. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent.* 2001;3:237-45.
- Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and portland cement. *J Endod.* 2006 Mar;32:193-7.
- Jacobsen T, Söderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater.* 1995;11:132-6.
- Jang CM, Seol HJ, Kim HI, Kwon YH. Photomedicine and Laser Surgery. ahead of print. 2009; doi:10.1089/pho.200.2322.
- Kaga M, Noda M, Ferracane JL, Nakamura W, Oguchi H, Sano H. The in vitro cytotoxicity of eluates from dentin bonding resins and their effect on tyrosine phosphorylation of L929 cells. *Dent Mater.* 2001;17:333–9.
- Kazantsev OA, Shirshin KV, Sivokhin AP, Tel'nov SV, Zhiganov IV, Kuznetsov AE, et al. Hydrolysis of 2-hydroxyethyl methacrylate in concentrated aqueous solutions. *Russ J Appl Chem.* 2003;76:1296–8.
- Kılınç. Kromatografik yöntemler ve HPLC yöntemi. http://sci.ege.edu.tr/~eubio/yaz_okulu/hplc.htm. 2006.
- Kitasako Y, Ikeda M, Tagami J. Pulpal responses to bacterial contamination following dentin bridging beneath hard-setting calcium hydroxide and self-etching adhesive resin system. *Dent Traumatol.* 2008;24:201-6.

- Knezević A, Tarle Z, Meniga A, Sutalo J, Pichler G, Ristić M. Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. *J Oral Rehabil.* 2001;28:586-91.
- Kömürçüoğlu E, Olmez S, Vural N. Evaluation of residual monomer elimination methods in three different fissure sealants in vitro. *J Oral Rehabil.* 2005;32:116–21.
- Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: from first to sixth generation. *J Am Dent Assoc.* 2000;131:20-5.
- Labella R, Davy KW, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G. Monomethacrylate co-monomers for dental resins. *Eur J Oral Sci.* 1998;106:816–24.
- Lee SY, Huang HM, Lin CY, Shih YH. Leached components from dental composites in oral simulating fluids and the resultant composite strengths. *J Oral Rehabil.* 1998;25:575–88.
- Lee TY, Guymon CA, Jonsson ES, Hoyle CE. The effect of monomer structure on oxygen inhibition of (meth)acrylates photopolymerization. *Polymer.* 2004;45:6155–62.
- Lewis JB, Rueggeberg FA, Lapp CA, Ergle JW, Schuster GS. Identification and characterization of estrogen-like components in commercial resin-based dental restorative materials. *Clin Oral Invest.* 1999;3:107–13.
- Little PA, Wood DJ, Bubb NL, Maskill SA, Mair LH, Youngson CC. Thermal conductivity through various restorative lining materials. *J Dent.* 2005;33:585-91.
- Lovell LG, Newman SM, Donaldson MM, Bowman CN. The effect of light intensity on double bond conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. *Dent Mater.* 2003;19:458-65.
- Lu H, Stansbury JW, Nie J, Berchtold KA, Bowman CN. Development of highly reactive mono-(meth)acrylates as reactive diluents for dimethacrylate-based dental resin systems. *Biomaterials.* 2005;26:1329–36.
- Marchetti C, Piacentini C, Menghini P. Morphometric computerized analysis on the dentinal tubules and the collagen fibers in the dentine of human permanent teeth. *Bull Group Int Rech Sci Stomatol Odontol.* 1992;35:125-9
- Mariotti A, Soderholm KJ, Johnson S. The in vivo effects of bisGMA on murine uterine weight, nucleic acids and collagen. *Eur J Oral Sci.* 1998;106:1022–7.
- Mazzaoui SA, Burrow MF, Tyas MJ, Rooney FR and Capon RJ. Long-term quantification of the release of monomers from dental resin composites and a resin-modified glass ionomer cement. *J Biomed Mater Res.* 2002;63:299–305.
- Mazzitelli C, Monticelli F, Osorio R, Casucci A, Toledano M, Ferrari M. Effect of simulated pulpal pressure on self-adhesive cements bonding to dentin. *Dent Mater.* 2008;24:1156-63.
- Mills RW, Jandt KD, Ashworth SH. Dental composite depth of cure with halogen and blue light emitting diode technology. *Br Dent J.* 1999;186: 388-91.
- Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T, Yoshida Y, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness and interfacial characterization of a HEMA/TEGDMA-free three-step etch&rinse adhesive. *J Dent.* 2008;36:767-73.
- Moharamzadeh K, Van Noort R, Brook IM, Scutt AM. HPLC analysis of components released from dental composites with different resin compositions using different extraction media. *J Mater Sci Mater Med.* 2007;18:133–7.
- Moll K, Haller B. Effect of intrinsic and extrinsic moisture on bond strength to dentin. *J Oral Rehabil.* 2000;27:150- 65.
- Moll K, Park H, Haller B. Effect of simulated pulpal pressure on dentin bond strength of self-etching bonding systems. *Am J Dent.* 2005;18:335-9.
- Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of selfetching enamel–dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater.* 2005;21:895–910.
- Moszner N, Ulrich S. New developments of polymeric dental composites. *Prog Polym Sci.* 2001;26:535– 76.

- Munksgaard EC, Peutzfeldt A, Asmussen E. Elution of TEGDMA and BisGMA from a resin and a resin composite cured with halogen or plasma light. *Eur J Oral Sci.* 2000;108:341–5.
- Murray PE, Hafez AA, Windsor LJ, Smith AJ, Cox CF. Comparison of pulp responses following restoration of exposed and non-exposed cavities. *J Dent.* 2002;30:213-222.
- Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 1982;16:265-73.
- Nakabayashi N, Takarada K. Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater* 1992;8:125–30.
- Nakabayashi N, Watanabe A, Gendusa NJ. Dentin adhesion of “modified” 4-META/MMA-TBB resin: function of HEMA. *Dent Mater.* 1992;8:259-64.
- Nakaoki Y, Nikaido T, Pereira PN, Inokoshi S, Tagami J. Dimensional changes of demineralized dentin treated with HEMA primers. *Dent Mater.* 2000;16:441–6.
- Nishitani Y, Yoshiyama M, Donnelly AM, Agee KA, Sword J, Tay FR, Pashley DH. Effects of resin hydrophilicity on dentin bond strength.. *J Dent Res.* 2006;85:1016-21.
- Nishiyama N, Suzuki K, Yoshida H, Teshima H, Nemoto K. Hydrolytic stability of methacrylamide in acidic aqueous solution. *Biomaterials.* 2004a;25:965–9.
- Nishiyama N, Suzuki K, Takahashi K, Nemoto K. The pKa effects of the carboxylic acid in N-methacryloyl-omega-amino acid on the demineralization and bond strengths to the teeth. *Biomaterials.* 2004b;25:5441–7.
- Nomura Y, Ishibashi H, Miyahara M, Shinohara R, Shiraishi F, Arizono K. Effects of dental resin metabolites on estrogenic activity in vitro. *J Mater Sci Mater Med.* 2003;14:307–10.
- Nordenvall KJ, Brännström M, and Malmgren O. Etching of deciduous teeth and young and old permanent teeth. A comparison between 15 and 60 seconds of etching. *Amer J Orthod.* 1980;78:99-108.
- Nunes TG, Garcia FC, Osorio R, Carvalho R, Toledano M. Polymerization efficacy of simplified adhesive systems studied by NMR and MRI techniques. *Dent Mater.* 2006;22:963–72.
- Odian G. Principles of polymerization. 4th Ed, New Jersey, Wiley Interscience. 2004, 68-199.
- Ogawa K, Yamashita Y, Ichijo T, Fusayama T. The ultrastructure and hardness of the transparent layer in human carious dentine. *J Dent Res.* 1983;62:7–10.
- Ohno H, Endo K, Hashimoto M. New mechanical retention method for resin and gold alloy bonding. *Dent Mater.* 2004;20: 330–7.
- Olea N, Pulgar R, Perez P, Olea-Serrano F, Rivas A, Novillo-Fertrell A, et al. Estrogenicity of resin-based composites and sealants used in dentistry. *Environ Health Perspect.* 1996;104:298-305.
- Ortengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter E. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil.* 2001;28:1106-15.
- Otsuki M, Histopathological study on pulpal response to restorative composite resins and their ingredients. *J Jpn Stomat Soc.* 1988;55:203-36.
- Øysæd H, Ruyter IE, Sjøvik Kleven IJ. Release of formaldehyde from dental composites. *J Dent Res.* 1988;67:1289-94.
- Özok AR, Wu MK, Wesselink PR. Comparison of the in vitro permeability of human dentine according to the dentinal region and the composition of the simulated dentinal fluid. *J Dent.* 2002;30:107-11.
- Öztürk B. Farklı Adeziv Sistemlerin Bağlanma Dayanımlarının, Mikrosızıntılarının ve Rezin-Dentin Bağlanma Arayüzeylerinin Pulpa Odası Duvarında Değerlendirilmesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 2002, Doktora Tezi, Konya.
- Packham DE. Adhesion In: Packham DE (Ed) Handbook of adhesion, Wiley, Chichester, 2005, 16-8.
- Padday JF. Contact angle measurement In: Packham DE (Ed) Handbook of adhesion, Wiley, Chichester, 88, 2005.

- Panduric V, Tarle Z, Hameršak Z, Stipetić I, Matosevic D, Negovetić-Mandić V, Prskalo K. Detection of HEMA in self-etching adhesive systems with high performance liquid chromatography. *J Mol Struct.* 2009;924:358-60.
- Paranjpe A, Bordador LC, Wang MY, Hume WR, Jewett A. Resin monomer 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA) is a potent inducer of apoptotic cell death in human and mouse cells. *J Dent Res.* 2005;84:172-7.
- Pashley DH. Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent Suppl.* 1984;3:13-29.
- Pashley DH, Kalathoor S, Burnham D. The Effects of Calcium Hydroxide on Dentin Permeability. *J Dent Res.* 1986;65: 417
- Pashley DH. Consideration of dentine permeability in cytotoxicity testing. *Int Endod J.* 1988;21:143-54.
- Pashley DH. Dentin, a dynamic substrate - a review. *Scan Micros.* 1989;3:161-176.
- Pashley DH. Mechanisms of dentin sensitivity. *Dent Clin North Am.* 1990;34:449-73.
- Pashley DH. In vitro simulations of in vivo bonding conditions. *Am J.* 1991;4:237-40.
- Pashley DH. Mechanistic analysis of fluid distribution across the pulpodentin complex. *J Endod.* 1992;18:72-5.
- Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Carvalho RM, Russell CM. Bond strength versus dentine structure: a modelling approach. *Arch Oral Biol.* 1995;40:1109-18.
- Pashley DH, Sano H, Yoshiyama M, Ciucchi B, Carvalho RM. The effects of dentin bonding procedures on the dentin/pulp complex. In: *Proc. Intl. Conf. Dentin /Pulp Complex.* Ed. Shimono M, Maeda T, Suda H, Takahashi K. Quintessence Publishing, Co., Ltd, Tokyo, 1996.
- Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent.* 1997;25:355-72.
- Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dent Mater* 1998;14:6-10.
- Patel MP, Johnstone MB, Hughes FJ, Braden M. The effect of two hydrophilic monomers on the water uptake of a heterocyclic methacrylate system. *Biomaterials.* 2001;22:81-6.
- Perdigão J, Van Meerbeek B, Lopes MM, Ambrose WW. The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dent Mater.* 1999;15:282-95.
- Pereira PN, Okuda M, Sano H, Yoshikawa T, Burrow MF, Tagami J. Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. *Dent Mater.* 1999;15:46-53.
- Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997;105:97-116.
- Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res.* 1999; 48:675-81.
- Polydorou O, Trittler R, Hellwig E, Kümmerer K. Elution of monomers from two conventional dental composite materials. *Dent Mater.* 2007;23:1535-41.
- Polydorou O, Beiter J, König A, Hellwig E, Kümmerer K. Effect of bleaching on the elution of monomers from modern dental composite materials. *Dent Mater.* 2009;25:254-60.
- Pulgar R, Olea-Serrano MF, Novillo-Fertrell A, Rivas A, Pazos P, et al. Determination of bisphenol A and related aromatic compounds released from Bis-GMA-based composites and sealants by high performance liquid chromatography. *Environ Health Perspect.* 2000;108:21-28.
- Rahiotis C, Kakaboura A, Loukidis M, Vougiouklakis G. Curing efficiency of various types of light-curing units. *Eur J Oral Sci.* 2004;112:89-94.
- Ranly DM, Garcia-Godoy F. Current and potential pulp therapies for primary and young permanent teeth. *J Dent.* 2000;28:153-61.
- Ratanasathien S, Wataha JC, Hanks CT, Dennison JB. Cytotoxic interactive effects of dentin-bonding components on mouse fibroblasts. *J Dent Res.* 1995;74:1602-6.

- Reichl FX, Durner J, Mückter H, Elsenhans B, Forth W, Kunzelmann KH, Hickel R, Spahl W, Hume WR, Moes GW. Effect of dental materials on gluconeogenesis in rat kidney tubules. *Arch Toxicol.* 1999;73:381-6.
- Reichl FX, Walther UI, Durner J, Kehe K, Hickel R, Kunzelmann KH, Spahl W, Hume WR, Benschop H, Forth W. Cytotoxicity of dental composite components and mercury compounds in lung cells. *Dent Mater.* 2001;17:95-101.
- Rueggeberg FA, Ergle JW, Lockwood PE. Effect of photoinitiator level on properties of a light-cured and post-cure heated model resin system. *Dent Mater.* 1997;13:360-4.
- Ruyter IE, Svendsen SA. Remaining metacrylate groups in composite restorative materials. *Acta Odontol Scand.* 1978;36: 75-82.
- Ruyter IE. The chemistry of adhesive agents. *Oper Dent.* 1992;5:32-43.
- Salz U, Zimmermann J, Zeuner F, Moszner N. Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. *J Adhes Dent.* 2005;7:107-16.
- Sattabanasuk V, Shimada Y, Tagami J. The bond of resin to different dentin surface characteristics. *Oper Dent.* 2004;29:333-41.
- Schafer TE, Lapp CA, Hanes CM, Lewis JB, Wataha JC, Schuster GS. Estrogenicity of bisphenol A and bisphenol A dimethacrylate in vitro. *J Biomed Mater Res.* 1999;45:192-7.
- Schedle A, Ivanova M and Kenndler E. Determination of ethoxylated bisphenol A dimethacrylate monomers in dental composites by micellar electrokinetic chromatography. *J Chromatogr A.* 2003;990:231- 7.
- Schilke R, Lisson JA, Bauss O, Geurtsen W. Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. *Arch Oral Biol.* 2000;45:355-61.
- Schmalz G. The biocompatibility of non-amalgam dental filling materials. *Eur J Oral Sci.* 1998;106:696-706.
- Schmalz G, Hiller KA, Nunez L, Stoll J, Weis K. Permeability characteristics of bovine and human dentin under different pretreatment conditions. *J Endod.* 2001;27:23-30.
- Schmalz G, Schuster U, Koch A, Schweikl H. Cytotoxicity of low pH dentin-bonding agents in a dentin barrier test in vitro. *J Endod.* 2002;28:188-92.
- Schweikl H, Hiller KA, Bolay C, Kreissl M, Kreismann W, Nusser A, ve ark. Cytotoxic and mutagenic effects of dental composite materials. *Biomaterials.* 2005;26,1713- 9.
- Schweikl H, Hartmann A, Hiller KA, Spagnuolo G, Bolay C, Brockhoff G, Schmalz G. Inhibition of TEGDMA and HEMA-induced genotoxicity and cell cycle arrest by N-acetylcysteine. *Dent Mater.* 2007;23:688-95.
- Scott RPW. Liquid Chromatography. *Chrom-Ed Book Series, Book 3*, 2003, 1-103
- Sengun A, Ozturk B, Ozer F. The effect of simulated intrapulpal pressure on bond strength to enamel and dentine. *J Oral Rehabil.* 2003;30:550-5.
- Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light cured dimethacrylatebased dental resins. *Biomaterials.* 2002;23:1819 -29.
- Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylatebased dental resins. *Biomaterials.* 2003;24:655-65.
- Sideridou ID, Achilias DS. Elution study of unreacted Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, and Bis-EMA from light-cured dental resins and resin composites using HPLC. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2005;74:617-26.
- Silikas N, Watts DC. High pressure liquid chromatography of dentin primers and bonding agents. *Dent Mater.* 2000;16:81-8.
- Sırt A, Yılmaz M. *Organik Kimya Laboratuvarı, 1.baskı, Konya, Mimoza Yayınları, 2006, 123-54.*

- Soderholm KJ, Mariotti A. BISGMA-based resins in dentistry: are they safe? *J Am Dent Assoc.* 1999;130:201-9.
- Soderholm KJ. Correlation of in vivo and in vitro performance of adhesive restorative materials: a report of the ASC MD 156 Task Group on test methods for the adhesion of restorative materials. *Dent Mater.* 1991;7:74-83.
- Soh MS, Yap AU, Yu T, Shen ZX. Analysis of the degree of conversion of LED and halogen lights using micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent.* 2004;29:571-7.
- Souza Costa CA, Aparecida Giro EM, Nascimento ABL, Teixeira HM, Hebling J. Short-term evaluation of the pulpo-dentin complex response to a resin-modified glass-ionomer cement and a bonding agent applied in deep cavities. *Dent Mater.* 2003;19:739-46.
- Spagnuolo G, Annunziata M and Rengo S. Cytotoxicity and oxidative stress caused by dental adhesive systems cured with halogen and LED lights. *Clin Oral Invest.* 2004;8:81-5.
- Spahl W, Budzikiewicz H, Geurtsen W. Determination of leachable components from four commercial dental composites by gas and liquid chromatography/mass spectrometry. *J Dent.* 1998;26:137-45.
- Sperling LH. Introduction to physical polymer science, 4th Ed., ABD, Wiley Interscience, 2006, 1-63.
- Stansbury JW, Dickens SH Determination of double bond conversion in Dental resins by near infrared spectroscopy. *Dent Mater.* 2001;17:71- 9.
- Stenvik A, Iversen J, MjSr IA. Tissue pressure and histology of normal and inflamed tooth pulps in Macaque monkeys. *Arch Oral Biol.* 1972;17:1501-11.
- Tabatabaee MH, Mahdavi H, Zandi S, Kharrazi MJ. HPLC analysis of eluted monomers from two composite resins cured with LED and halogen curing lights. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2009;88:191-6.
- Tanaka K, Taira M, Shintani H, Wakasa K and Yamaki M. Residual monomers (TEGDMA and Bis-GMA) of a set visible- light- cured dental composite resin when immersed in water. *J Oral Rehabil.* 1991;18:353- 62.
- Tao L, Pashley DH. Shear bond strengths to dentin: effects of surface treatments, depth and position. *Dent Mater.* 1988;4:371-8.
- Tay FR, Sano H, Carvalho R, Pashley EL, Pashley DH. An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. *J Adhes Dent.* 2000;2:83-98.
- Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater.* 2001;17:296-308.
- Tay FR, King NM, Chan KM, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? *J Adhes Dent.* 2002;4:255-69.
- Tay FR, Pashley DH, Yiu C, Cheong C, Hashimoto M, Itou K, et al. Nanoleakage types and potential implications: evidence from unfilled and filled adhesives with the same resin composition. *Am J Dent.* 2004;17:182-90.
- Tonder KJH, Kvinnsland I. Micropuncture measurements of interstitial fluid pressure in normal and inflamed dental pulp in cats. *J Endod.* 1983;9:105-9.
- Ülker HE. Dentin Bariyer Testi ile Diş Hekimliğinde Kullanılan Kompozit Rezin Simanların Sitotoksitesinin Değerlendirilmesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Konya, 2009.
- Ülker M. Yapay yaşlandırma işlemlerinin self-etch adezivlerin dentine bağlanma dayanımlarına ve bağlanma ara yüzeylerine etkisinin incelenmesi (Mikrotensile, SEM, TEM Çalışması), Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Konya, 2006.
- Ünlü N, Çetin AR. Effect of Calcium-Hydroxide on Bond Strength of a Self-etching Adhesive. The Pan European Federation of the International Association for Dental Research Congress. Abstract Book:0258, 10-12 September 2008, London, UK.

- Vajrabhaya LO, Pasasuk A, Harnirattisai C. Cytotoxicity evaluation of single component dentin bonding agents. *Oper Dent*. 2003;28:440-4.
- Van Hassel HJ. Physiology of the human dental pulp. *Oral Surg*. 1971;32:126-34.
- Van Landuyt K, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, et al. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res*. 2005;84:183-8.
- Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y ve ark. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*. 2007;28:3757-85.
- Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentine. *J Dent*. 1994;22:141-6.
- Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *J Dent*. 1998;26:1-20.
- Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, ve ark. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent*. 2001;6:119-44.
- Van Meerbeek B, DeMunck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, ve ark. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003;28:215-35.
- Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Inoue S, Yoshida Y, Perdigão J, Lambrechts P, Peumans M, Bonding to enamel and dentin, In: Summit JB, Robbins JW, Hilton TJ, Schwartz RS, editors. *Fundamentals of Operative Dentistry*, 3rd ed, Illinois, Quintessence Publishing Co, Inc. 2006, 183-260.
- Viljanen EK, Langer S, Skrifvars M, Vallittu PK Analysis of residual monomers in dendritic methacrylate copolymers and composites by HPLC and headspace-GC/MS. *Dent Mater*. 2006;22:845-51
- Vongsavan N, Matthews B. Fluid flow through cat dentine in vivo. *Arch Oral Biol*. 1992;37:175-85.
- Wallenhammar LM, Ortengren U, Andreasson H, Barregård L, Björkner B, Karlsson S, Wrangsjö K, Meding B. Contact allergy and hand eczema in Swedish dentists. *Contact Dermatitis* 2000;43:192-9.
- Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res*. 1994;73:1212-20.
- Witherspoon DE, Small JC, Harris GZ. Mineral trioxide aggregate pulpotomies: a case series outcomes assessment. *J Am Dent Assoc*. 2006;137:610-8.
- Wynn W, Haldi J, Hopf MA, John K. Pressure within the pulp chamber of the dog's tooth relative to arterial blood pressure. *J Dent Res*. 1963;42:1169-77.
- Yap AU, Han VT, Soh MS, Siow KS. Elution of leachable components from composites after LED and halogen light irradiation. *Oper Dent*. 2004;29:448-53.
- Yasuda Y, Ogawa M, Arakawa T, Kadowaki T, Saito T. The effect of mineral trioxide aggregate on the mineralization ability of rat dental pulp cells: an in vitro study. *J Endod*. 2008;34:1057-60.
- Yazici AR, Özgünaltay G, Dayangaç B. A scanning electron microscopic study of different caries removal techniques on human dentin. *Oper Dent*. 2002;27:360-6.
- Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res*. 2004;83:454-8.
- Yoshiyama M, Sano H, Ebisu S, Tagami J, Ciucchi B, Carvalho RM, Johnson MH, Pashley DH. Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. *J Dent Res*. 1996;75:1404-13.
- Young JM, Satrom KD, Berrong JM. Intraoral dental lights: Test and evaluation. *J Prosthet Dent*. 1987;57:99-107.
- Zheng L, Pereira PN, Somphone P, Nikaido T, Tagami J. Effect of hydrostatic pressure on regional bond strengths of compomers to dentine. *J Dent*. 2000;28:501-8.

9. ÖZGEÇMİŞ

1983 yılında Konya’da doğdu. İlkokulu Cemile Erkunt İlkokulu’nda, orta ve lise tahsilini Konya Karatay Süleyman Demirel Milli Piyango Anadolu Lisesi’nde 2000 yılında tamamladı. Aynı sene Selçuk Üniversitesi, Dişhekimliği Fakültesine girişi hak kazandı ve Haziran 2005’te mezun oldu. Eylül 2005’te Selçuk Üniversitesi, Dişhekimliği Fakültesi, Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı’nda doktora eğitimine başladı. Ekim 2006- Aralık 2006 arasında ERASMUS öğrenci değişim programı ile Oulu Üniversitesi Dişhekimliği Enstitü’sünde, Koruyucu Dişhekimliği, Endodonti ve Pedodonti Bölümü’nde 3 aylık doktora eğitimi programına devam etti. Aralık 2008’de Selçuk Üniversitesi, Dişhekimliği Fakültesi, Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı’nda araştırma görevlisi olarak atandı. Halen aynı anabilim dalında görevini sürdürmektedir. İngilizce bilmektedir. Evlidir.