

40297

T.C.
HACETTEPE ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Dört Değişik Dentin Adeziv Sistemin Dentinin Islanma
Kritik Yüzey Gerilimi (γ_c) Üzerindeki Etkisi ile
Kompozitlerin Dentine Bağlanma Dayanıklılığı Arasındaki
İlişkinin İncelenmesi

DOKTORA TEZİ
TEDAVİ (DİŞ) PROGRAMI

Dt. ARLİN KİREMITÇİ

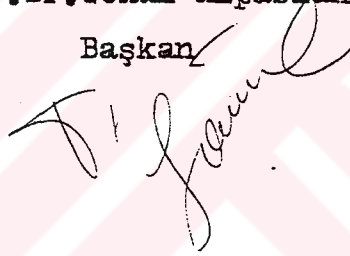
DANIŞMAN ÖĞRETİM ÜYESİ
PROF. DR. SAADET GÖKALP

Ankara, 1995

Doktora tez savunma jürisi

Prof.Dr.Gönül Alpaslan

Başkan



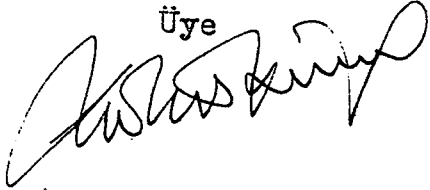
Prof.Dr.Saadet Gökalp

Danışman Üye



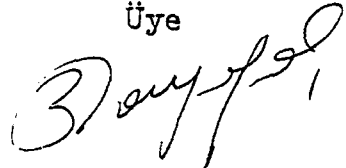
Prof.Dr.Emin Türköz

Üye



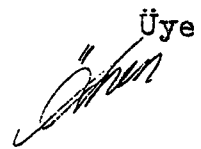
Prof.Dr.Berrin Dayangaç

Üye



Doç.Dr.Alev Önen

Üye



İÇİNDEKİLER

GİRİŞ	1
GENEL BİLGİLER	3
GEREÇ VE YÖNTEMLER	41
BULGULAR	55
TARTIŞMA	74
SONUÇLAR	84
ÖZET	86
ABSTRACT	88
KAYNAKLAR	90

Doktora tez savunma jürisi

Prof. Dr. Gönül Alpaslan

Başkan

Prof. Dr. Saadet Gökalp

Danışma Üye

Prof. Dr. Berrin Dayangaç

Üye

Prof. Dr. Emin Türköz

Üye

Doç. Dr. Alev Önen

Üye

GİRİŞ

Restoratif dişhekimliğinin konusu içine giren uygulamaların temel amacı ağız ortamında biyolojik işlevi yeniden kurmaktır. Yapılacak restorasyonların estetik olması yanında işlevsel gereksinimleri de karşılaması zorunludur. Kayıp diş dokularını restore etmek amacıyla kullanılacak ideal bir materyal, estetik, çiğneme kuvvetlerinden doğan streslere dayanıklı, biyolojik açıdan kabul edilebilir, klinik uygulamaya elverişli olmalı, mikrosızıntı göstermemeli ve diş dokularına kendiliğinden tutunabilmelidir. Ancak bu özelliklerin tümünü birden içeren tek bir dolgu maddesi yoktur.

İlk olarak 1955 yılında Buonocore [17], dolgu maddelerinin futuculuğunu arttırmak ve mikrosızıntıyı azaltmak amacıyla mineye asit uygulama (etching) yöntemini tanıtmıştır. Bu buluşun mineye adezyondaki başarısından sonra dişhekimliği dünyasında tüm ilgi dentine adezyona yönelmiştir. Fakat dentine adezyon, dentinin organik yapısı ve nem içeriği nedeniyle çok güçtür. Dolgu maddelerinin dentine bağlanması ve sızdırmaz bir birleşim sağlanması için dişteki kavite duvarları ile dolgu arasında adeziv bir maddenin kullanılması gerekir. Adeziv, kompozit restoratif madde ve dentin arasında bağlanmayı sağlayabilecek nitelikte olmalıdır.

Düşük yüzey gerilimli sıvılar, yüksek enerjili katı yüzeylerinde serbestçe yayılarak yeterli ıslatmayı sağlarlar. Fakat tüm organik sistemlerde yüzeyde oluşan düşük enerjili tabaka, sıvıların veya adezivlerin belirgin değme açıları (contact angle) oluşturmalarına yol açar [90]. Dentinin inorganik kısmı yüksek enerjilidir fakat organik içeriği smear tabakası yoluyla yüzeyi düşük enerjili hale getirir. Dentine adezyonu sağlamak için yüzeyin değiştirilmesi ve böylece sıvı adeziv tarafından ıslatılabilir duruma getirilmesi gereklidir. Başka

bir deyişle dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimi (γ_c) ni arttırmak amacıyla yüzeyin deęiştirilmesi dentine adezyonun temelini oluşturmaktadır [33,34]. Sıvı adezivin yüzey gerilimi (surface tension) ıslatması beklenen katı yüzeyden daha düşük veya aynı olmalıdır [28].

Katının ıslanma kritik yüzey gerilimi (γ_c), yüzey gerilimi bilinen bir sıvının katıyı ıslatabilirliğini deęerlendirmek için kullanılabilir tek ölçülebilir deęerdir. Yapışma arayüzeyindeki enerji, katının yüzey enerjisinden daha az ise, yapışma yüzeyinin gerilimi ve katının yüzey gerilimi arasındaki fark ıslanma için itici güçtür [75]. Bu nedenle dentinin ve farklı uygulamalar ile yüzeyi deęiştirilmiş dentinin kritik yüzey gerilimlerinin bilinmesi, dentine bağlanmayı sağlayan adeziv ajanların deęerlendirilmesinde çok önemli bir yer tutar.

Dışhekimliği literatüründe çeşitli dentin adezivlerin dentinin γ_c 'si üzerindeki etkisini inceleyen tek çalışmada Benediktsson ve arkadaşları [12], farklı yüzey uygulamalarının kompozitlerin dentine bağlanma dayanıklılığını etkilediğini saptamışlardır.

Bu çalışmamızda, dentine adezyonun yukarıda sözü edilen adezyon kanunlarına uygunluęunu incelemek amacıyla, aşındırılmış dentin ve dört farklı dentin adeziv sistemdeki temizleyici (cleanser), primer (adezyon artırıcı = adhesion promoter) ve adeziv (bonding ajan) uygulama basamaklarından sonra dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimindeki deęişimi belirlemeyi, dört deęişik dentin adeziv sistemin kompozit dolgu maddesini dentine makaslama tipi kuvvetlere karşı bağlama dayanıklılığını (shear bond strength) ölçmeyi ve hesaplanan γ_c deęerleri ile bağlanma dayanıklılıęı deęerleri arasında ilişki (korelasyon) olup olmadığını saptamayı amaçladık.

GENEL BİLGİLER

I. DENTİN

Dişhekimliği literatüründe "dentin" kelimesi ilk olarak 1845'de yer aldı. 1855'de Fransız Akademisi tarafından onaylandı. Dişhekimliği'ne ait ilk kaynaklarda dişler kemik, pulpa ise kemik iliği olarak tanımlanmaktaydı. Diş histolojisinin iki öncüsü olan Anthony van Leeuwenhoek ve Marcello Malpighi 17. yüzyılın sonlarında mine ve dentinin ayrı dokular olduğunu saptayan ilk araştırmacılarıdır. Dentinin mikro yapısı ile ilgili araştırmalar 19. yüzyılda yoğunluk kazandı.

Dentin diş kütlesinin büyük kısmını oluşturan canlı ve sert bir dokudur. Odontoblast adı verilen, pulpanın sınırında tek sıra halinde yerleşmiş hücreler tarafından oluşturulur. Odontoblastlar dental epitel hücrelerinin organize edici etkisini izleyerek dental papillanın ektomezenşimal hücrelerinin farklılaşması ile oluşurlar [76]. Dentin mineralize bağ dokusu olarak da kabul edilebilir. Dentin içinde tüm kalınlığı boyunca uzanan tübüller (kanallar) vardır. Dentin tübülleri içinde odontoblast hücrelerinin sitoplazmik uzantıları yer alır. Dentine canlılığını veren bu yapılardır. Odontoblastlar tarafından öncelikle organik kollajen matriks salgılanır. Kollajen protein yapısındadır. Daha sonra bu yapı mineralize olarak sert dentin dokusunu oluşturur. Dentin fiziksel ve kimyasal olarak kemiğe benzer. Her iki doku da canlıdır çünkü yaşayan protoplazmalar içerirler [4].

Olgun dentin kimyasal olarak ağırlıkça % 70 inorganik materyal, % 20 organik materyal ve % 10 su'dan oluşur. Bu oranlar hacimce sırasıyla % 45 inorganik, % 33 organik materyal ve % 22 su olarak verilebilir. İnorganik kısım mine ve kemikte olduğu gibi esas olarak hidroksiapatittir $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$. Organik

kısmın % 90'ı tip I kollajen, geri kalan % 10'u ise çok az miktarda tip V kollajen ile kollajen dışı proteinler olan fosfoproteinler, proteoglikanlar, glikozaminoglikanlar, γ -karboksiglutamat içeren proteinler, glikoproteinler ve bazı plazma proteinleridir [19,76]. Organik faz dentinin morfolojisini belirler ve mineral fazın oluşumunda rol aldığına inanılır. Mineralizasyon dentinin kollajen lifleri boyunca oluştuğundan, kollajen alt yapının dentinin fizyolojisinde önemli etkisi olduğu kabul edilir [19].

Dentin dört kısımdan oluşur: 1- Belli bir doğrultuda uzanan tübüller. 2- Yüksek derecede mineralize peritübüler bölge. 3- Büyük oranda tip I kollajen içine gömülü apatit kristallerinden oluşan intertübüler matriks. 4- Dentin sıvısı [37].

1 - Dentin tübülleri pulpadan başlayarak tüm dentin kalınlığı boyunca ışınal olarak uzanır. Dentin tübülleri krona mine-dentin birleşiminden pulpaya doğru, kökte ise sementten pulpaya doğru birbirlerine yaklaşacak şekilde konumlanırlar. Tübüllerin kapladıkları alan ve çapları, dentin içinde buldukları bölgeye göre farklılık gösterir. Pulpaya yakın kesitte tübüllerin kapladıkları alan % 22, çapları 2.5 μm , dentinin orta kısmında ise çaplar 1.2 μm 'dir. Mine-dentin birleşimine doğru tübüllerin çapları 0.8 μm 'ye düşerken kapladıkları alan sadece % 1'dir. Tübüller arası (intertübüler) matriks alanı, pulpa sınırında % 12 iken mine-dentin birleşiminde % 96'ya çıkmıştır. Buna karşın tübülü çevreleyen (peritübüler) dentin pulpaya komşu bölgede % 60'dan fazla bir alan kaplarken, mine-dentin sınırına doğru % 2.9'a geriler. Tablo (1)'de pulpadan farklı uzaklıklarda, dentin tübülleri, intertübüler dentin ve peritübüler dentin tarafından kaplanmış dentin alanlarının yüzdesi izlenmektedir [59]. Kron dentininde mineye komşu bölgede mm^2 de 20.000 tübül yer alırken, pulpaya yakın bölgede mm^2 de 45.000 tübül konumlanmıştır [59,76]. Birim alan başına sayıda artış pulpa yüzeyinin küçülmesine bağlı

olarak odontoblastların sıkışık bir durum almasının sonucudur. Dentin kalınlığı yaklaşık 3-3.5 mm olduğundan, dentin tübülleri son derece ince ve uzun kanallardır. Dentin tübüllerinin pulpa odasına doğru birbirlerine yaklaşmaları ve derin dentin tabakasında tübül çapının artması, derin preparasyonlarda dentin geçirgenliğinin artmasına neden olur [59]. Dentin tübülleri düzgün borular değildir. Aksine komşu tübüllerle ilişki sağlayan yan dallar, mikrokannalar ve düzensiz duvarlara sahiptirler [37].

Tablo 1. Pulpadan Farklı Uzaklıklarda Dentin Tübülleri, İntertübüler Dentin ve Peritübüler Dentin Tarafından Kaplanmış Dentin Alanlarının Yüzdesi [59].

Pulpaya Uzaklık	Tübül sayısı $\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$	Tübül çapı $\times 10^4 \text{ cm}^{-4}$	Toplam dentin alanının yüzdesi		
			Tübüller	Peritübüler dentin	İntertübüler dentin
0.1 - 0.5	4.3	0.95	12.19	36.58	51.23
0.6 - 1.0	3.8	0.80	7.64	22.92	69.44
1.1 - 1.5	3.5	0.60	3.96	11.89	84.15
1.6 - 2.0	3.0	0.55	2.85	8.55	88.60
2.1 - 2.5	2.3	0.45	1.46	4.39	94.15
2.6 - 3.0	2.0	0.40	1.01	3.01	95.98
3.1 - 3.5	1.9	0.40	0.96	2.86	96.18

2 - Peritübüler dentin, tübüller etrafında yüksek oranda mineralize bir kılıftır. Peritübüler dentin, intertübüler dentinden % 40 daha fazla mineral içerir. Fazla mineralize olduğundan dekalsifiye kesitlerde kaybolur. Peritübüler dentin, dentinin pulpal ucunda yaklaşık 44 nm, mine-dentin sınırına yakın

uçta ise 750 nm. kalınlığındadır ve intertübüler dentinden keskin bir sınırla ayrılmıştır. Peritübüler dentinin oluşumu yavaş ve devamlı bir olaydır. Dış uyarılar ile hızlanır. Bu süre sonucunda tübüllerin ortasındaki boşluk daralır ve hatta zamanla tamamen tıkanabilir. Bu olay aynı bölgede pek çok tübülde birden olursa, dentin camsı bir görünüm alır. Bu olaya sklerozis, dentine de sklerotik dentin adı verilir. Sklerotik dentin miktarı yaşla artar ve daha çok köklerin apikal üçlüsünde ve pulpa ile mine-dentin arasındaki mesafenin ortasında görülür. Sklerozis dentinin geçirgenliğini azalttığından pulpa canlılığını korur [76].

3 - İntertübüler dentin, dentin tübülleri arasında yer alır. İntertübüler dentin odontoblastların esas salgısal ürünleridir ve primer dentinin hacminin büyük kısmını oluşturur. Sıkıca birbiri içine girmiş 50-200 nm çapında Tip I kollajen fibril ağından oluşur. Apatit kristalleri bu fibriller üzerine ve arasına çökelmiştir. Kollajen fibrilleri dentin tübüllerine kabaca dik açı yapacak şekilde yönlenmiştir. Yaklaşık 100 nm boyundaki apatit kristalleri, uzun aksları kollajen fibrillerine paralel şekilde konumlanmışlardır. Mineral fazının yaklaşık % 56'sı kollajenin içindedir [76].

4 - Dentin Sıvısı: Dentin tübülleri dentin sıvısı ve odontoblastik uzantılar ile doludur. Tübüller sıvının hızlı hareketine izin verir. Yaklaşık 10 mm civa veya 15 cm su değerinde küçük fakat pozitif pulpal basınç sonucu dentin sıvısı devamlı olarak tübüllerden dışarı doğru akar [82]. Tübüllerde sıvı hareketinin ağrı ve duyarlılıkla ilgili olduğu kabul edilir. Pulpaya komşu 1/4'lük derin dentin bölgesi içi sıvı dolu geniş tübüller içerir. Bu nedenle dentinin nem oranı tübüller tarafından kaplanmış alana bağlı olarak artar. Bu veriden yola çıkarak dentinin su içeriğinin literatürde belirtildiği gibi % 8 veya 10 olmayıp, mine-dentin sınırında % 1'e kadar düşerken, pulpaya yakın bölgede % 22'ye

kadar arttığı söylenebilir. Mine-dentin sınırına yakın dentin nispeten kurudur ve büyük oranda intertübüler dentinden oluşmaktadır. Buna karşın derin dentin daha nemlidir ve esas olarak pertitübüler dentin içermektedir [59].

DENTİNİN GEÇİRGENLİĞİ:

Dentinin geçirgenliği çok değişkendir ve bölgesel konuma bağlıdır. Geçirgenlik pulpaya ve pulpa boynuzlarına yakın bölgelerde komşu bölgelerden daha fazladır. Bu durum tübüllerin pulpaya yaklaştıkça giderek çaplarının artması ve birbirlerine yakınlaşmalarının sonucudur. Geçirgenlikteki değişiklikler; bölgesel farklılıklar, mineral birikmesine bağlı tübüller tıkanıklıklar, odontoblast uzantılarının organik birimleri veya tübüller içinde kollajen birikintilerinin sonucudur [24, 30, 57, 59].

DENTİN DUYARLILIĞI

Dentinin duyarlılığının mekanizması, üzerinde hala tartışılan bir konudur. Dentinin uyarılması ile ilgili üç teori ileri sürülmüştür. Bunlardan birincisi uyarının henüz bilinmeyen bir şekilde dentinin iç tabakalarındaki sinir sonlanmalarına ulaşmasıdır. Bu teori direk nöral stimülasyon teorisi olarak adlandırılır ve çok az bilimsel destek görmüştür. İkinci teori transdüksiyon (iletim) teorisidir. Geçerliliği kalmamıştır. Üçüncü ve en çok onay gören teori hidrodinamik teoridir. Sıcak, soğuk, hava ile kurutma, mekanik veya ozmotik basınç dentin tübüllerinde sıvı hareketini etkiler. Gerek içe gerekse dışa doğru sıvı hareketi, odontoblastlar ve uzantıları ile yakın ilişkide olan sinirlerin mekanik uyarılması ile tübüllerdeki ağrı mekanizmasını harekete geçirir. Böylece bu sinir sonlanmaları, tübüller sıvının mekanik hareketinden etkilenerek mekanoreseptör ödevi görürler [4].

DENTİNİN MEKANİK ÖZELLİKLERİ

Dentin heterojen bir doku olduğundan, dentin adezyonu ile ilgili araştırmalarda farklı sonuçlar alınması şaşırtıcı değildir. Dış etkiler ve uyarılar sonucu da dentinin yapısı değişebilir. Dış etkilerle dentin hipermineralize olabileceği gibi demineralizasyon da gösterebilir. Dentine adezyon söz konusu olduğunda, dentinin ısıl genleşme katsayısı, geçirgenliği, mekanik ve fiziksel özellikleri gözardı edilemez. Çünkü dentine bağlanma direnci, dentinin kendi yapısal direnci ile sınırlıdır. Tablo (2)'de insan mine ve dentininin mekanik özellikleri izlenmektedir.

Tablo 2. İnsan Mine ve Dentininin Mekanik Özellikleri [37].

	Mine*	Dentin*	Dentin+
Oransal Limit (MPa)	70-350	100-190	-
Compressive Strength (MPa)	95-450	230-370	297
Young Modülü (GPa)	9-90	7-30	18.3
Tensile Strength (MPa)	8-35	31-65	51.7
Shear Strength (MPa)	90.2	-	138
Flexural Strength (MPa)	60-90	245-280	-
Hardness (Sertlik) (KHN)	330-450	68-80	-

* [86]

+ [23]

II. ADEZYON

Moleküllerin birbirlerini çekmeleri veya itmeleri çok sayıda kimya ve fizik kanunu ile belirlenir. Dünya üzerinde yaşamın temeli bu itici ve çekici kuvvetler arasındaki etkileşimdir. İki cismin birbirine yapışması için gereken koşullar belirlenmiştir, fakat olayın işleyişi konusunda bilinmezler vardır. İki ayrı yüzeyin arayüz kuvvetleri tarafından birbirlerine bağlanmasına adezyon adı verilir. Bu arayüz kuvvetlerini primer veya sekonder kimyasal kuvvetler, mekanik kilitleme kuvvetleri veya her ikisi birden oluşturabilirler [49]. Daha net tanımlayacak olursak, adezyon, farklı maddelerin atomları ve molekülleri arasındaki çekimdir [64]. Ayrıca bir maddeyi oluşturan tüm atomlar ve moleküller arasında da çekici kuvvetler vardır bu moleküller arasındaki çekime kohezyon adı verilir. Bir maddenin gücü, onu oluşturan atomlar arasındaki koheziv çekim kuvvetine bağlıdır. İtici kuvvetlerin çekici kuvvetlerden daha güçlü olmasına adezyon denir ve pek çok endüstriyel uygulamaları vardır [89]. İki yüzeyi birbirine bağlayan maddeye adeziv, uygulandığı katı yüzeye de adherend denir. Örneğin çimento, zambak ve dişhekimliğinde kullanılan bonding ajanlar (yapıştırıcı ajanlar) adezivdir [64].

Adezyonda rol oynayan moleküler kuvvetler Tablo 3'de sınıflandırılmıştır. Mekanik adezyon restoratif dişhekimliğinde geniş ölçüde kullanılır. Diş dokusunun preparasyonunda "undercut"lar ve kilitler oluşturularak tutuculuğu sağlamak mekanik adezyona bir örnektir. İlk defa Buonocore'un 1955'de ileri sürdüğü mineyi ortofosforik asitle hazırlama ve kompozit dolgu maddelerini bağlama yöntemi mekanik adezyon kapsamına girer. Mekanik adezyon, geometrik ve reolojik etkilere bağlıdır. Yüzeyin pürüzlülüğü ve mikroskopik boşluklarının neden olduğu mekanik tutuculuğa geometrik etki denir. Kumlanmış demir yüzeyine porselen sır kaplanmasında porselenin mekanik

kilitlenmesi söz konusudur ve geometrik etkiye bir örnektir. Reolojik etki bir maddenin sıvı halde akarken katılaşmasının neden olduğu mekanik adezyondur. Madde sıvı halde mekanik bir çıkıntının etrafında akarken polimerizasyon veya soğuma sonucunda katılaşınca sıkı mekanik bir kilit oluşturacak şekilde büzülür [49].

Tablo 3. Adezyon Mekanizmaları [33,39].

ADEZYON

- **Mekanik Adezyon**

- Geometrik Etkiler (Pürüzlülük, Boşluklu Yapı vs.)
- Reolojik Etkiler (Polimerizasyon Büzülmesi, Gerilimler, vs.)

- **Kimyasal Adezyon**

- **KİMYASAL KUVVETLER** (Primer Kimyasal Bağlar)

- İyonik Bağlar
- Polar ve Non-Polar Kovalent Bağlar
- Metalik Bağlar

- **FİZİKSEL KUVVETLER**

(Sekonder Valans Kuvvetleri-Hidrojen ve Van der Waals Bağları)

- Keesom Dipol İnteraksiyon Kuvvetleri
- London Dispersiyon Kuvvetleri
- Debye Dipol İndüksiyon Kuvvetleri

Genellikle mekanik adezyon diğer adezyon türleri ile birlikte yer alır. Adezyonda rol oynayan kimyasal kuvvetler intramoleküler (molekül içi) çekim kuvvetleridir. Kimyasal kuvvetler, moleküler çekimin en güçlü kuvvetleridir ve dış kuvvetlerin ayırıcı etkilerine karşı dirençleri adezyonun fiziksel

kuvvetlerine göre daha fazladır. Pozitif ve negatif yüklü atomlar arasında elektrostatik çekim sonucu oluşan elektron transferi kimyasal iyonik bağlara neden olur. Kısacası iyonik bağlar, iyonlaşma enerjileri ve elektron ilgileri farklı olan atomlar arasında oluşurlar. Kovalent bağlar, benzer iki atom arasında elektronların paylaşılmasıyla oluşur. Kovalent bağı oluşturan atomların her ikisinin de iyonlaşma enerjileri ve elektron ilgileri aynıdır. Bir atomdan diğerine sürekli bir yük aktarması yoktur, elektronlar iki çekirdek arasında simetrik olarak bölünür. Kovalent bağlar polar ve non-polar olmak üzere iki çeşittir. Elektron çiftlerinin benzer atomlar arasında eşit paylaşılmasıyla non-polar kovalent bağ oluşur. Örnek olarak Cl_2 verilebilir. Eğer elektron çifti farklı atomlar arasında paylaşılırsa bağ kısmen iyonik nitelik taşır ve polar kovalent bağ oluşur. Örnek olarak HCl verilebilir. Polar kovalent bağların iyonik niteliği, aralarında bağ oluşan atomların elektronegativitesine bağlı olarak değişkenlik gösterir. Örneğin HCl molekülünde kovalent bağı oluşturan elektronlar daha çok klor atomları tarafından çekilirler. Klor atomu tarafında negatif yük, hidrojen atomu tarafında ise pozitif yük fazlalığı bulunur [74].

Adezyonda yer alan fiziksel kuvvetler moleküller arası (intermoleküler) çekim kuvvetleridir ve sıklıkla "van der Waals Kuvvetleri" veya "sekonder valans" kuvvetleri olarak adlandırılırlar. Hidrojen bağları genellikle fiziksel kuvvetler arasında ele alınır. Hidrojen bağları dipoller arası etkileşimin özel bir çeşididir ve maddeler arasında nispeten güçlü çekim kuvvetlerini içerirler. Bu kuvvetler van der Waals kuvvetlerinden daha güçlü, kimyasal çekim kuvvetlerinden daha zayıftırlar. Klasik van der Waals kuvvetleri üçe ayrılırlar: (1) Keesom kuvvetleri aynı zamanda dipoller arası etkileşim kuvvetleri olarak da adlandırılırlar ve sabit dipollerin varlığının sonucu oluşurlar. (2) Debye

kuvvetleri indüklenmiş dipollerin varlığı sonucu oluşurlar. (3) London dağılım kuvvetleri ise nonpolar dağılım etkisinin sonucudur. Keesom dipol etkileşim kuvvetleri ve London dağılım kuvvetleri biyolojik adezyonda yer alan en önemli van der Waals kuvvetleridir. Onlar olmadan organize doku var olamaz [5].

Van der Waals kuvvetleri maddeye koheziv direncini verirler. Adhezivlerin çoğunluğu Van der Waals kuvvetlerinin neden olduğu bağlanma yanında mekanik adezyona da güvenirlir. Eğer yüzey pürüzlü ve boşluklu ise mekanik adezyon daha baskındır. Eğer yüzey pürüzsüz ve parlak ise Van der Waals kuvvetleri adezyonda daha etkilidir. Teorik olarak bir yüzeye primer kimyasal bağın adeziv direnci Van der Waals bağlarından çok daha yüksek olmasına rağmen uygulamada ağız ortamında yaratabileceğimiz primer bağlar suya çok dayanıksızdır [49].

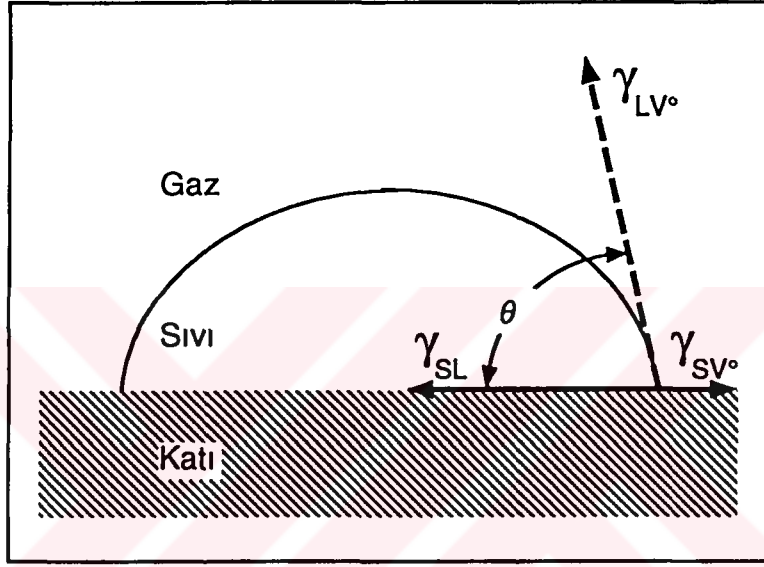
İyi adezyonun ilk koşulu adherend ve adeziv arasında çok yakın yüzeyler arası değimin sağlanmasıdır. Bu arayüz değiminin nitelik ve niceliğini adherend yüzeyinin adeziv ile ıslanması belirler. Islanma (wetting) materyaller arasındaki moleküler çekim kuvvetlerinin göstergesidir. Yetersiz ıslanma adezyonun zayıf olmasının temel nedenidir. Teorik hesaplarda London dispersiyon kuvvetlerinin iyi adezyon sağlamak için yeterli olduğu ve gerek katının gerekse adeziv materyalin kimyasal bileşimine bağlı olmadığı saptanır. Fakat uygulamada adeziv bağlar genellikle adezivin yüzeyi yeterince ıslatamaması nedeniyle koparlar. Adeziv ve adherend arasındaki çekim kuvvetleri, adezivin kendi molekülleri arasındaki çekim kuvvetlerinden daha güçlü olduğunda ıslanma gerçekleşir [39].

Çalışmamıza konu olan katı yüzey, dentindir. Dentin heterojen bir biyolojik dokudur. Dentinin ıslanma özellikleri ve sıvı adezivlerin ona adezyonu, bu sıvıların katı yüzeyi üzerinde yayılma derecelerine bağlıdır [5]. Burada hem katı yüzeyin hem de sıvı adezivin özellikleri önem kazanır. Sıvı kendi saf halinde yayılabilme özelliği gösterebilir veya göstermez. Bazen sıvının içine özel solüsyonlar katılarak yayılma özelliği değiştirilebilir. Katı yüzeylerinin de üzerleri düşük veya yüksek enerjili maddelerle kaplanarak ıslanma özellikleri değiştirilebilir [13].

Bilim adamları, adeziv sistemlerin davranışlarını gözlemleyerek katı yüzeyinin ıslanmasını değerlendirecek yöntemler aramışlardır. Bu konuda öncülerden biri Thomas Young'dır [90]. Young, moleküllerin boyutlarının ölçümü ve sıvıların yüzey gerilimi (surface tension) üzerinde çalışmıştır. Bir sıvının yüzey gerilimi ve o sıvının katı yüzey üzerinde yaptığı değme açısı (contact angle) nın kosinüsü arasındaki ilişkiden yola çıkan Young denkleğini ($\gamma_{SV} - \gamma_{SL} = \gamma_{LV} \cdot \cos\theta$) ortaya koymuştur. Burada γ_{LV} , γ_{SV} ve γ_{SL} sırasıyla sıvı-gaz fazı, katı-gaz fazı ve katı-sıvı fazının yüzey gerilimlerini temsil etmektedir. $\cos\theta$ katı üzerinde sıvının yaptığı değme açısı (θ) nın kosinüsüdür. Şekil (1)'de kuvvetlerin açılımı görülmektedir. Değme açısı, adeziv damla yüzeyi ile üzerinde bulunduğu adherend yüzeyi arasında dengede oluşan açıdır.

Değme açısı 0° ise, sıvı, katı yüzeyini tamamen ıslatır. Sıvı adezivin viskozitesi ve katı yüzeyinin pürüzlülüğü homojen yayılmada etkilidir [89]. Her sıvı, her katıyı belli bir oranda ıslatır. Bu nedenle değme açısı asla 180° olmaz. Homojen bir katı yüzeyinde değme açısı, hidrostatik basınç en az düzeyde olduğu sürece sıvı damlasının hacminden etkilenmez. Bir sıvının yayılma eğilimi arttıkça değme açısı küçüldüğünden, değme açısı ıslanabilirlik veya yayılabilirliğin ters orantılı bir ölçümüdür. Şekil (2)'de çeşitli değme

açıları izlenmektedir. Değme açısının kosinüsü yararlı bir direk ölçümdür. Böylece bir adeziv veya sıvının ıslatma derecesi değme açısını ölçerek değerlendirilebilir. Young'ın ilk bulgularının ışığında Dupre, adezyon işi (work of adhesion) için aşağıdaki matematiksel modeli geliştirmiştir [90]:



Şekil 1. Kati yüzeyinde duran sıvı damlasını oluşturan kuvvetlerin açılımı [5].

Adezyon işi

$$W_A = \gamma_{SV} + \gamma_{LV} - \gamma_{SL}$$

$$\gamma_{SV} - \gamma_{SL} = \gamma_{LV} \cos \theta$$

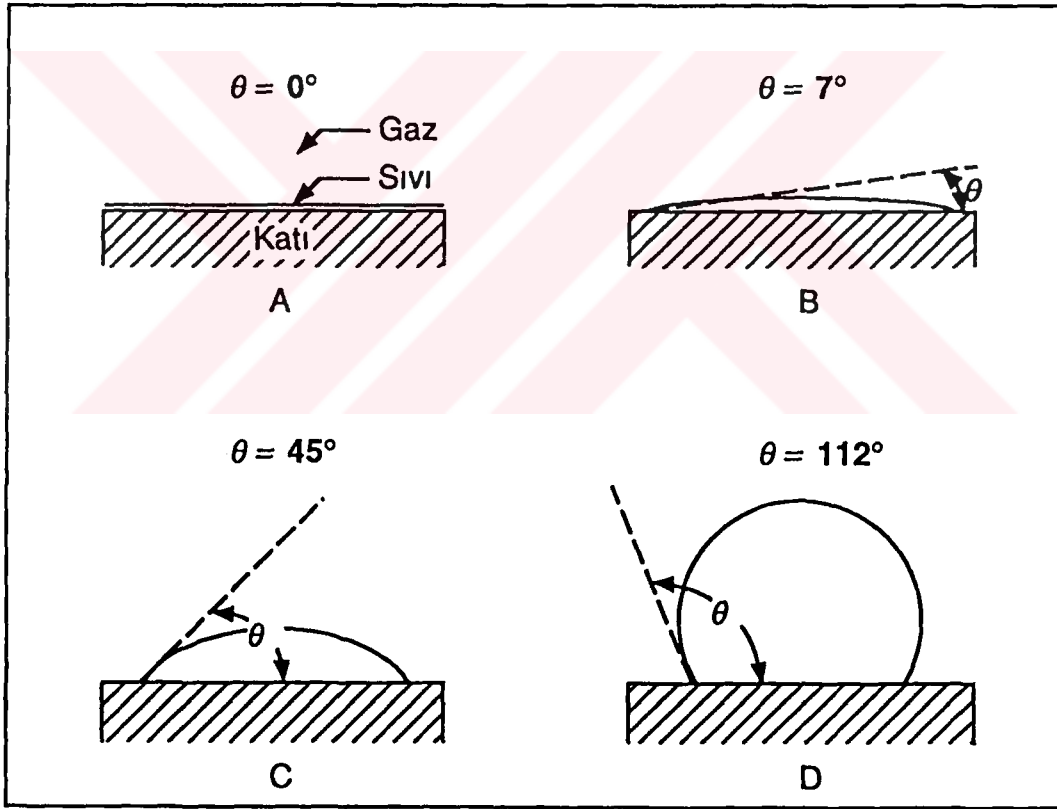
$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta$$

Tamamen ıslanma, değme açısının 0° yani $\cos \theta = 1$ olduğu durumdur. Basit bir çıkarımla şu denkliği elde ederiz:

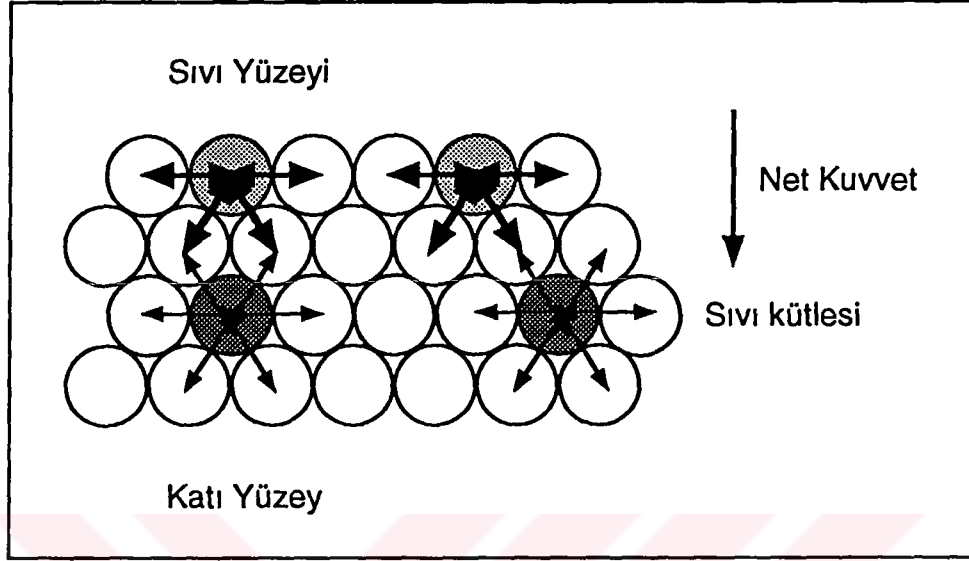
$$W_A = \gamma_{LV} (1 + \cos \theta)$$

Sıvıların ve katıların yüzeyinde gerilim vardır. Bu gerilim kohezyon kuvvetleri ile ilgilidir ve sıvı yüzeyindeki moleküllerin içe doğru çekilmesinin bir

sonucudur. Yüzeydeki moleküller alttaki ve yandaki diğer moleküller tarafından çekilirler. Gaz fazındaki moleküllerin yoğunluğunun düşük olması nedeniyle üstten çekim çok daha azdır. Bu çekim yüzey bölgesindeki moleküllerin sayısında azalmaya ve moleküllerarası mesafede artmaya yol açar. Böylece sıvı birim hacim başına en küçük yüzey alanı olan küre oluşturmaya eğilim gösterdiğinden yüzey gerilimi ortaya çıkar [39,47]. Şekil (3)'de yüzey geriliminin oluşumu şematize edilmiştir.



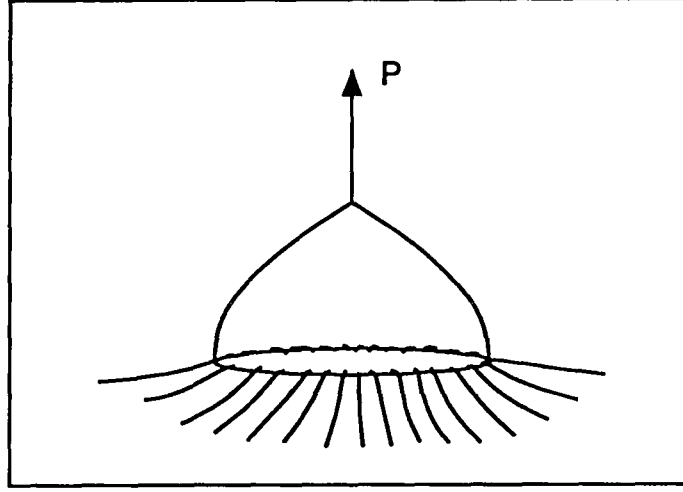
Şekil 2. Adayon büyük ölçüde yüzeyin ıslanmasına bağlıdır. A, Değme açısı 0° ise sıvı katı yüzeyde serbestçe yayılır. B, hafif derecede kontamine yüzeyde oluşan küçük değme açısı. C, Adzorbte bir tabaka ile kaplı yüzeyde oluşan daha büyük değme açısı. D, Düşük enerjili katı yüzeyinin iyi ıslanamamasına bağlı olarak oluşan büyük değme açısı [64].



Şekil 3. Sıvıların yüzey gerilimini oluşturan kuvvetler [49].

Yüzey gerilimi birim alan başına serbest enerji veya birim uzunluk başına kuvvettir [84]. Yüzey gerilim birimleri erg/cm^2 ve dyn/cm ya da J/m^2 ve N/m olarak belirtilir [2]. Sıvıların sıvı/gaz arayüzünde yüzey gerilimlerini ölçmek kolaydır. Şekil (4)'de görüldüğü gibi çevre ölçüsü bilinen tel bir halkayı bir sıvının içinden yavaşça çekerek sıvının yüzey gerilimi dyn/cm cinsinden hesaplanır. Bu değer birim boy başına direnç kuvvetini gösterir. Bu amaçla tensiyometre adı verilen aygıtlar kullanılır.

Buna karşılık katıların yüzey gerilimini ölçmek için kolay ve direkt bir yöntem yoktur. Ancak dolaylı olarak ölçüm yapılabilir. Bir katının yüzey özellikleri o katının ıslanma kritik yüzey gerilimi (γ_c) yardımıyla belirlenebilir. γ_c , yüzey gerilimi bilinen bir sıvının bir katı yüzeyini ıslatıp ıslatmayacağını belirler. Burada ıslatma, sıvının katı yüzeyinde tamamen yayılması olarak tanımlanmıştır [49].

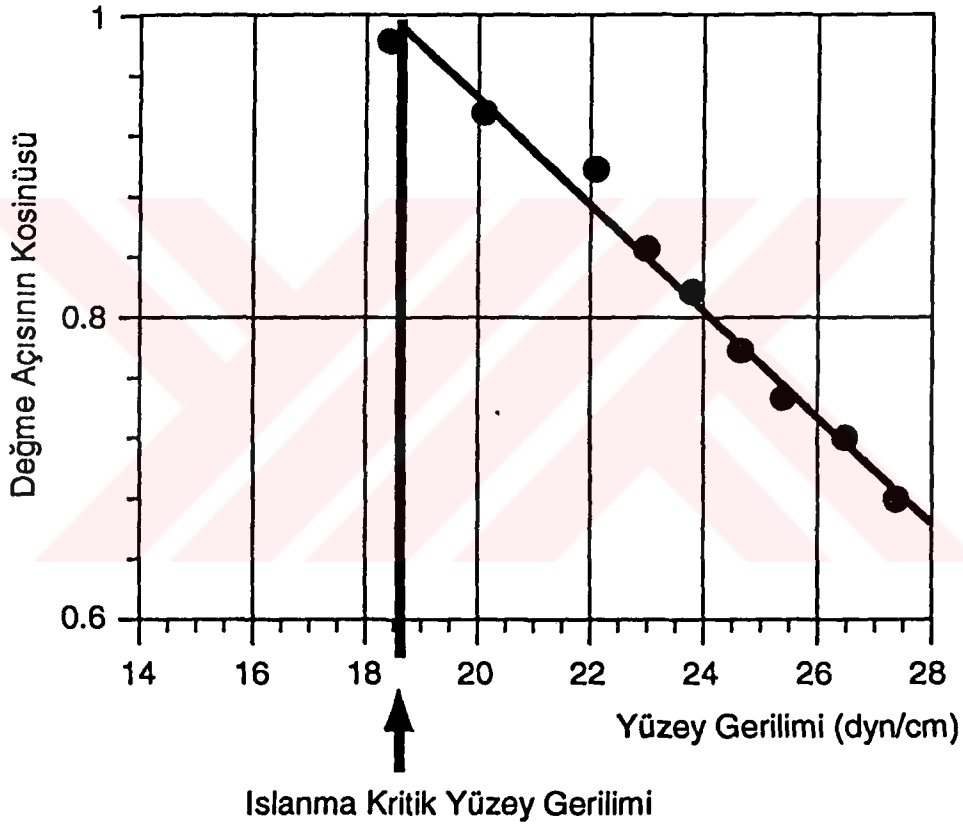


Şekil 4. Yuvarlak halka ile sıvıların yüzey geriliminin ölçülmesi [49].

Bir katının ıslanma kritik yüzey gerilimini (γ_c) ölçmek için Zisman [89,90] tarafından geliştirilen yöntem çok yararlıdır. Bu yöntem, benzer kimyasal özelliklere fakat farklı yüzey gerilimlere sahip bir seri homolog sıvının katı yüzey üzerine uygulandığında karakteristik davranış göstermesi temeline dayanır. Bu sıvıların değme açılarının kosinüsü ile bilinen yüzey gerilimleri grafikte yerine koyulursa bir doğru elde edilir. Bu doğru kosinüs θ ekseninde (y eksen) + 1 noktasına kadar uzatılırsa, yüzey gerilim ekseninde (x eksen) ona karşılık gelen nokta, Şekil (5)'de görüldüğü gibi söz konusu katı için ıslanma kritik yüzey gerilimi (γ_c) değerini verir [89,90]. Şekil (5)'de teflonun n-alkanlar ile ıslanabilirliği grafik üzerinde görülmektedir.

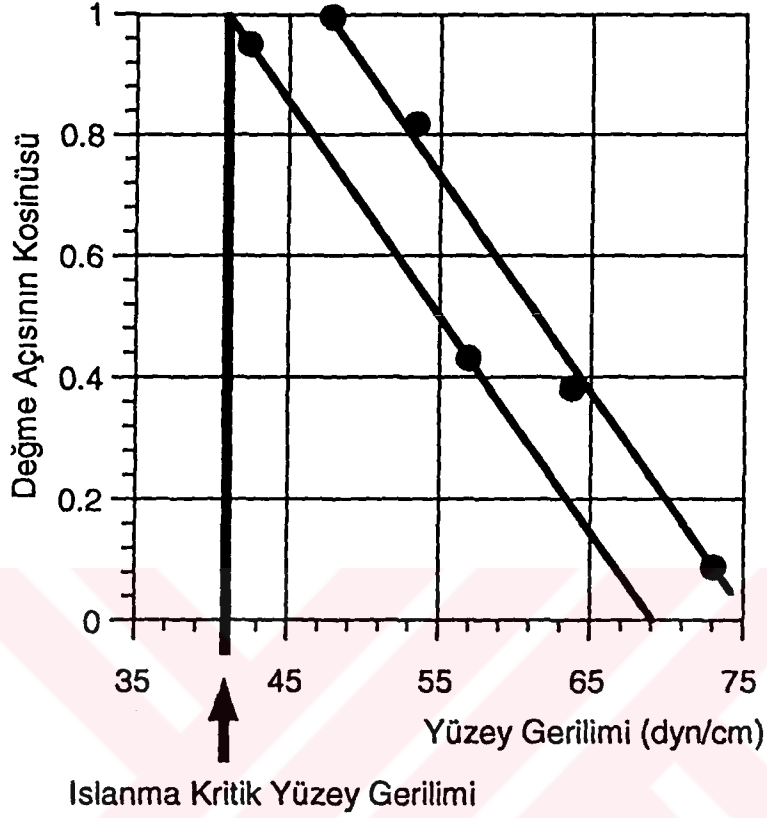
Kosinüs θ , non-homolog sıvıların yüzey gerilimlerine karşı grafiğe yerleştirildiğinde y eksenini kesim noktası homolog sıvı serisinin kullanıldığı durumdaki kadar kesin belirlenmemekle birlikte grafikteki kesişim noktaları dar bir doğrusal alan içinde yer alır. Aynı zamanda bu değer sadece söz konusu katı maddenin karakteristiğini yansıttığından daha da değerli bir

parametredir. Bir seri non-homolog deneysel sıvı ile yapılan değme açısı ölçümleri gerek homojen gerekse dentin gibi heterojen biyolojik katıların yüzey özellikleri hakkında bilgi edinmekte etkinlikle kullanılır. Şekil (6)'da non-homolog sıvıların polivinilklorür üzerindeki değme açılarının grafiği görülmektedir. Özellikle düşük enerjili katıların γ_c 'sinin saptanmasında non-homolog sıvı serilerinin kullanılması çok yararlıdır [5, 89].



Şekil 5. Teflon'un n-alkanlar ile ıslanabilirliği [49].

γ_c , katı yüzeyi ıslatacak sıvının yüzey geriliminin en alt sınırını gösterir. Bir katının kritik yüzey gerilim değerinin altında yüzey gerilimi gösteren tüm sıvılar için değme açısının kosinüsü 1'e eşittir ve katı yüzeyini tamamen ıslatacak şekilde yayılma olur [89,90].



Şekil 6. Polivinil klörür'ün γ_c 'sinin non-homolog sıvılar kullanarak saptanması [49].

Değme açısı ölçümlerinde kullanılan bir grup non-homolog test sıvısı klasik hale gelmiştir. Bunlardan bazıları Tablo (4)'de görülmektedir.

Bu test sıvılarının seçilme nedenleri, yüzey gerilimlerinin farklılık göstermesi ve yapılarındaki çeşitliliğidir.

Test sıvılarının yüzey gerilimlerinin nasıl oluştuğunu bilmek gereklidir. Metilen iodid ve Bromonaftalin'in yüzey gerilimleri Van der Waals dispersiyon kuvvetlerinden oluşur. Diğer klasik test sıvıları polar kuvvetler ve hidrojen bağları da içerirler [6,89].

Tablo 4. Değme açısı ölçümlerinde kullanılan test sıvıları ve yüzey gerilimleri [8].

Sıvı	Yüzey gerilimi, dyn/cm
Su	72.4
Gliserol	63.7
Formamide	58.2
Thiodiethanol	53.5
Methylene iodide	51.7
Bromonaphthalene	44.6
Dicyclohexyl	32.7
Decane	23.9

Test sıvılarının kontaminasyonunu önlemek, onları saf hallerinde kullanmak çok önemlidir. Özellikler non-polar bir sıvı içinde polar safsızlıkların bulunması değme açısı ölçümlerinde yanlış sonuçlar verir [32].

Değme açısı ölçüm deneylerinde, deneysel sıvıların saflığını belirlemek ve sistemin doğruluğunu kanıtlamak için referans katı yüzeyi olarak Teflon (polytetrafluoroethylene) kullanılır. Teflon yapışma göstermeyen, ıslanabilirliği zayıf ve ölçülen kritik yüzey gerilimi düşük bir maddedir. Bir çalışmada Teflon'un γ_c 'si 18 dyn/cm olarak saptanmıştır [48].

Bir katı yüzeyin pürüzlülüğü, pürüzlülük faktörü (r) ile belirtilir. Pürüzlülük faktörü bir katının gerçek yüzey alanının, görünen yüzey alanına oranıdır. Bu değer bir katı yüzeyi ile sıvı damlası arasında ölçülebilen değme açısı ve gerçek değme açısı ile bağıntılıdır. Değme açısı 90° 'den küçük ise ölçülebilen değme açısı gerçek değme açısından azdır. Organik sıvıların çoğu temiz ve

parlak metal yüzeylerinde 90°'den daha küçük değme açıları oluşturduklarından, metal yüzeylerinin pürüzlendirilmesi görünen değme açılarını gerçek değme açılarından daha az yapar. Başka bir deyişle, metal pürüzlendirildiğinde sıvılar daha fazla yayılır. Değme açısında % 5'lik bir farklılık özellikle küçük açılarda daha da önem kazanır. Yüzey pürüzlülüğü değme açısı histerezisi adı verilen, aynı sıvının aynı katı yüzeyinde oluşturduğu en büyük ve en küçük değme açıları arasındaki farklılıktan da sorumludur [43].

Bir katı yüzeyinin iyi ıslanabilmesi için yüzey pürüzlülüğünün ne derece olması gerektiğini saptamak için 12 ticari polimer, farklı yüzey pürüzlendirme işlemlerinden geçirildikten sonra 5 değişik sıvının (su, gliserol, formamid, metileniodid ve α -Bromonaftalin) dengede en büyük ve en küçük değme açıları ölçülmüştür. Eğer pürüzsüz yüzey üzerinde değme açısı 86°'nin üzerinde ise yüzey pürüzlendirmesi değme açısını arttırır. Buna karşın pürüzsüz yüzey üzerinde değme açısı 60°'nin altında ise pürüzlendirme değme açısını azaltır. Pürüzsüz yüzey değme açıları 60° ile 86° arasında ise, yüzey pürüzlendirmenin ölçülen değme açısı üzerinde hiçbir etkisi olmaz.

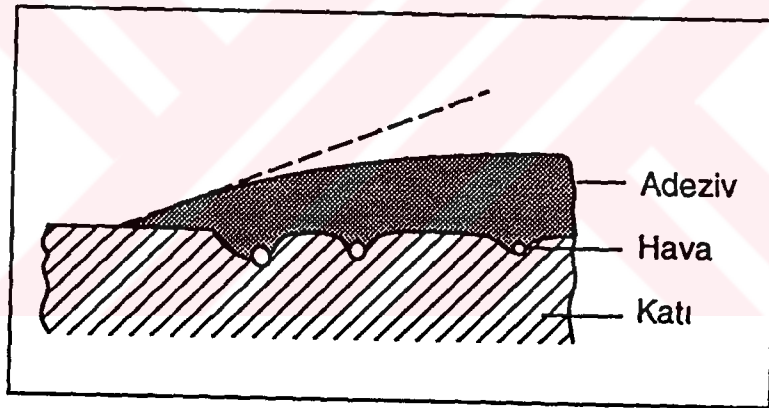
Bu sonuçlar, değme açısının yüzey pürüzlülüğüne bağıntısını ortaya koyan istatistiksel olarak önemli bir veri ortaya koymaz. Fakat Wenzel eşitliği:

$$\cos \theta = r \cos \theta'$$

(θ = gözlenen değme açısı, θ' = mikroskobik lokal değme açısı, r = pürüzlülük faktörü) yüzey pürüzlülüğü gelişigüzel olan katılar için doğrudur [18, 46]. Yüzey pürüzlülüğü Şekil (7)'de görüldüğü gibi, sıvının nüfuz edemeyeceği hava kabarcıkları oluşturarak, katı ve sıvı arasında yakın değimi engelleyebileceği için katının sıvı tarafından ıslanabilirliğini değiştirir [64]. Bir

sıvı veya adezivın yüzey üzerinde denge konumuna gelerek değme açısı oluşturma oranını sıvının yüzey gerilimi ve viskozitesi belirler [75,90]. Viskozitenin çok fazla olması adezivın pürüzlü bir yüzeydeki tüm boşlukları kaplamasını önler [49].

Değme açısı ölçümlerinde katı yüzeyin temizliği çok önemlidir. Yüzeyde bulunan en ufak kontaminasyon sonucu etkiler [5]. Her organik sıvı normal sıcaklıklarda, yüksek enerjili temiz yüzeylerde yayılır. Eğer katı yüzeyin üzeri, sıvının yüzey geriliminden daha düşük kritik yüzey gerilimi olan bir tabaka ile kaplıysa yayılma olmaz [5].



Şekil 7. Yüzeydeki girintilerde hava hapsolmesi. Bu bölgelerde stres yoğunlaşması olur ve adezyon engellenir [64].

Katı yüzeylerinin çoğunun kimyasal ve fiziksel özellikleri incelenecek olursa yüksek yüzey enerjisine sahip olmaları beklenir. Katının γ_c değerinden daha düşük yüzey gerilimine sahip pekçok sıvının yüzeyi ıslatması ve böylece iyi adezyon sağlanması beklenir. Fakat dentin de dahil pek çok biyolojik yüzey için bu durum geçerli değildir. Biyolojik yüzeylerde daima yer alan ince bir tabaka, yüzeyin γ_c değerini değiştirir. Bu ince tabaka yüzeydeki protein üzerine adsorbe olabileceği gibi biyolojik yüzeylerin heterojen yapısından da

kaynaklanabilir. Yüksek enerjili bir katının yüzey geriliminin değeri ne olursa olsun yüzeyi kaplayan düşük enerjili tabakanın ıslanabilirlik (wettability) özellikleri tüm katı yüzeyi için geçerli hale gelir [5,34,89].

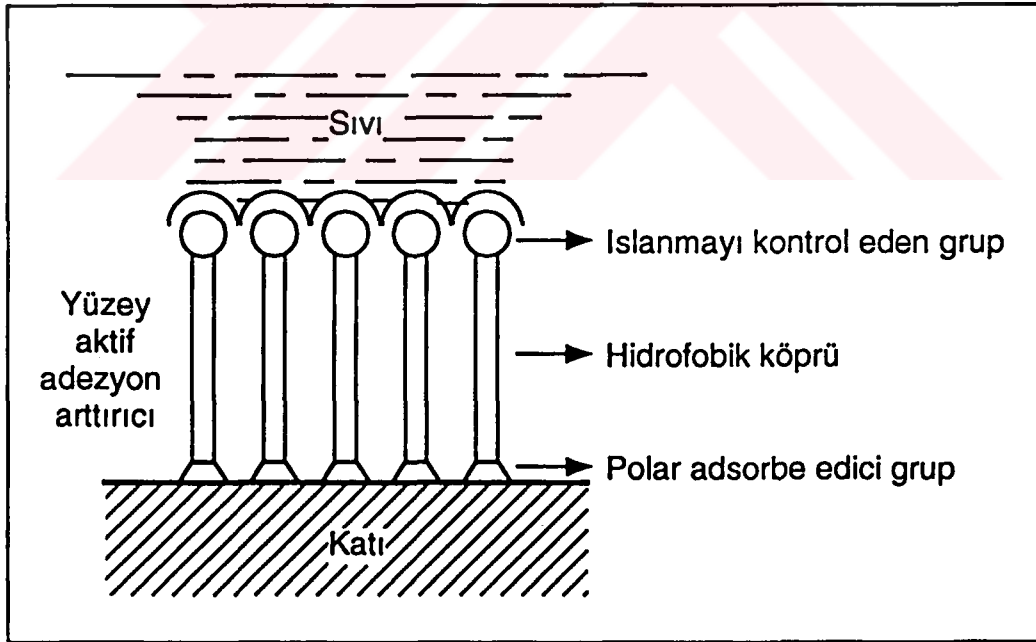
Biyolojik yüzeylerde daima ince bir tabaka su vardır. Adherend yüzey üzerinde bir tabaka suyun varlığı oluşan adeziv bağın direncini büyük ölçüde azaltır. Bu yüzden biyolojik adezyonda suyu adherend yüzeyinden uzaklaştırmak istenir.

Adeziv dişhekimliğinde nem, önemli sorunlardan biridir. Bağ dokusu ve dentinin organik matriksini büyük oranda kollajenler oluşturduğundan, cerrahi ve dental adezivler için kollajenin ıslanma özellikleri önemlidir. Kollajen tüm koşullar altında bağlı su tabakası taşır. Bu nedenle düşük enerjili organik sıvıların tamamen yayılması engellenir [7,8]. Dişlerin ve kemiklerin hidroksiapatiti gibi yüksek enerjili yüzeylerin de suya karşı güçlü bir ilgisi vardır ve kristal yüzeyini tamamen kurutmak olanaksızdır. Restoratif diş hekimliğinde adezyonu sağlamak için diş yüzeyindeki düşük enerjili organik filmi ve bağlı su tabakasını uzaklaştırmak, böylece yüzey enerjisini arttırmak istenir.

Bir katının adezivliğini arttırmak için yüzeyine bazı işlemlerin uygulanması ve bu şekilde γ_c 'sinin arttırılması olasıdır. Bu fikir dentin adezyonundaki gelişmeler ve dentin adeziv sistemlerin temelini oluşturmuştur [47]. Adeziv restoratif dişhekimliğinde coupling ajanlar (adezyon arttırıcılar) kullanılmasının dayanağı bu olgudur.

Adherend yüzeyine uygulandığında onu bağlanmaya daha yatkın hale getiren yapıya "coupling ajan" denir. "Coupling ajan" yüzeye kuvvetle tutunur (adsorbe olur) veya yüzeyle kimyasal reaksiyona girerek adezivin

ıslatabileceği daha uyumlu yeni bir yüzey haline getirir. Şekil (8)'de "coupling ajan"ın yüzey üzerindeki etkisi şematize edilmiştir. "Coupling ajan"lar hem adherend hem de adeziv ile etkileşime girerler. Bazı "coupling ajan"lar su ile tepkimeye girerek onu ortadan kaldırır ve bağlanmayı engelleyici etkisinin önüne geçerler. Su molekülünün boyutunun küçük olması nedeniyle son tek tabakalık suyu ortadan kaldırmak çok zor olabilir. Ancak hidrofilik sıvılar suyla yarışmaya girerek onu yüzeyden uzaklaştırabilirler. Yüzeye adsorbe olmuş adezyon artırıcı tabaka (coupling ajan) nın bir diğer işlevi düşük enerjili ince tabakaların katı yüzeyini kaplamasını önlemektir [5,6,9,47]. Butün bu nedenlerle coupling ajanlar içeren yüzey primerlerin kullanılması oral adezyonda önemli bir yer tutar.



Şekil 8. Yüzey aktif coupling ajan (adezyon artırıcı) in şematik görünümü [5].

III. DENTİNE ADEZYON VE ADEZİV SİSTEMLER

A-DENTİNİN ADEZYONA HAZIRLANMASI

1955'de tutuculuğu arttırmak ve mikrosızıntıyı azaltmak için mineye asit uygulama tekniğinin Buonocore [17] tarafından tanıtılmasından ve başarısından sonra tüm ilgi dentine ve genel anlamda biyolojik adezyona yöneldi. Klinik olarak ağız ortamında dentin yüzeyi daima düşük enerjili organik bir tabaka ile kaplı olduğundan, yeterli derecede ıslanabilmesi güçtür [9]. Dentin yüzeyini adezyona elverişli duruma getirmek amacıyla değiştirmek dentine bağlanmanın başarısı için önkoşuldur.

a) Dentin Temizleyicileri: (Conditioner, Cleanser)

Dentin, el aletleri veya dönerik işlev gören frezler ile aşındırıldığında yüzeyi smear tabakası ile kaplanır. Smear tabakası diş dokusundan ayrılan çok küçük parçacıkların birbirlerine ve alttaki yüzeye yılanarak veya ovarak uzaklaştırılmayacak şekilde yapışmasıyla oluşur [58]. Smear tabakasının kalınlığı, oluşması sırasında kullanılan aletlerin türüne ve aşındırma yöntemine bağlı olarak 1 ile 5 µm arasında değişir.

Smear tabakasının içeriği alttaki dentin yapısını yansıtır. Elemental analizler sonucunda smear tabakasının fraktüre dentin yüzeyi ile benzer bir yapıya sahip olduğu [67] fakat aşındırma işlemi sırasında oluşan lokalize yüksek sıcaklık değerleri nedeniyle kollajenin denatüre olduğu gösterilmiştir. Kollajen denatüre olduğunda jelatîne hale gelir ve smear tabakası parçacıklarını birbirine yapıştırır [16].

Dentinin kesilmesi sonucunda yüzeyde uzanan smear tabakasının yanısıra dentin tübüllerine doğru mikrometrelerce uzanan tıkaçlar (plug) oluşur.

Smear tabakası ve tıkaçları dentin tübüllerinden yüzeye doğru sıvı hareketini engeller ve aynı zamanda mikroorganizmalar ve toksinlerin pulpaya doğru girişini sınırlar. Smear tıkaçlarının kaldırılması dentinin geçirgenliğini 5 ila 20 kat artırır [20].

Dentinin temizlenmesi çeşitli kimyasal, ısısal ve mekanik yollarla gerçekleştirilebilir. Kimyasal olarak asitler ve kalsiyum şelatörleri, termal olarak lazer ve mekanik olarak da abrazyivler kullanılabilir. Dentinin temizlenmesinde en çok fosforik, nitrik, sitrik ve maleik asitler kullanılır [14].

Fosforik asit özellikle pellicül ve plak ile kaplı mine yüzeyinde tercih edilen temizleyicidir. Bazı adeziv sistemlerde mine ve dentinin aynı anda fosforik asitle etchingi (pürüzlendirilmesi) ve ardından yıkanıp kurutularak adeziv rezinin uygulanması söz konusudur. Günümüzde % 10'luk fosforik asit solüsyonunun tipik % 37'lik solüsyondan daha iyi bağlanma sağladığı saptanmıştır [44].

Gerekenden daha güçlü bir asidi seyrelterek daha iyi bir asidik temizleyici elde edebiliriz. Derişik asit yüzeyi üniform olarak bir hat şeklinde dekalsifiye ederken, seyreltik solüsyon seçici bir çözünmeye neden olur.

Nitrik asit çok etkileyici bir temizleyicidir ve % 2.5'luk derişimde kullanılır. Tenure, Mirage Bond, Restobond 3 gibi sistemlerde yer alır.

% 10'luk sitrik asit ve % 3 demirklorür smear tabakası uzaklaştırıcı ve temizleyici olarak kullanılmıştır. Bu kombinasyon 4-META içeren metakrilat esaslı adeziv sistemleri için özellikle etkili bulunmuştur [56].

Güçlü asit kondisyonerlerin aksine şelatörler, dekalsifikasyon veya alttaki dentin yapısında belirgin fiziksel deęişikliklere neden olmaksızın smear

tabakasını kaldırmak için kullanılır. En iyi şelatör EDTA (Etilendiamin tetraasetik asit)'dir ve pH'sı yaklaşık 7.4'dür. Gluma sisteminde kullanılır [53].

Maleik asit smear tabakasını kaldırır fakat tıkaçlarını etkilemez. Asidik olmasına karşın derin dekalsifikasyona neden olmaz. Scotchbond 2 (3M) ve Denthesive II'de (Kulzer) maleik asit kullanılır [14].

Dentine asit uygulanmasının nedenleri şu şekilde özetlenebilir;

1. Smear tabakası zayıf bir yapı olduğundan ilk amaç onu kaldırmak ve böylece daha sonra uygulanacak adeziv rezinlerin alttaki dentin matriksine bağlanmasına izin vermek.
2. Yüzeysel dentin matriksini demineralize etmek yoluyla rezinin yüzeye infiltrasyonuna (nüfuzuna) izin vermek.
3. Intertübüler ve peritübüler dentini açığa çıkarmak.
4. Dentin yüzeyini biyofilmlerden arındırmak.

İlk hayvan deneylerinde dentine asit uygulanmasının orta ve ileri derecelerde pulpa reaksiyonlarına neden olduğu gösterilmesine karşın bu iritasyon büyük olasılıkla bakteriler ve ürünlerinin mikrosızıntısına bağlıdır. Son kuşak dentin adeziv sistemlerinde dentine asit uygulanmasından sonra bu tür reaksiyonların görülmemesi, dentine asit uygulanabileceğini, fakat bunun sadece daha sonra uygulanacak resin adezivin dentini tam anlamıyla tıkaması koşuluyla mümkün olabileceğini ortaya koymaktadır. Asit uygulama dentinin geçirgenliğini ve ıslaklığını artırır. Bu nedenle asit uygulanmış dentine adeziv rezinlerin başarılı bir şekilde bağlanabilmesi için hem peritübüler hem de intertübüler dentine iyi bağlanan hidrofilik rezinlerin

kullanılması gerekir. İleriye yönelik eğilimler uygulanan asidin konsantrasyonunun ve uygulama süresinin azaltılması doğrultusundadır [61].

b) Dentin Primerleri:

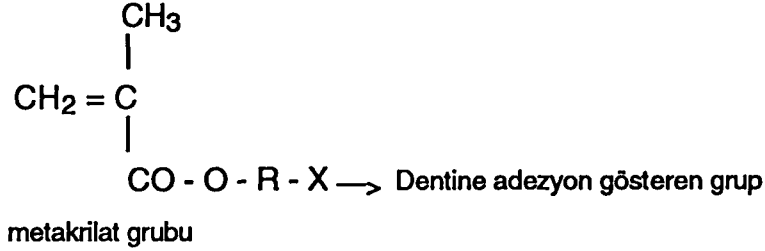
Dentin yüzeyinin temizlenmesinden sonra primer uygulanması gerekir. Primerler yüzeylerin ıslanabilirliğini artırmak için kullanılırlar. Dentine uygulanan temizleyiciler ve primerler arasındaki ayrım çok kesin değildir. Asitler ve EDTA gibi şelatörler temizleyici, HEMA gibi yapılar ise primer olarak ele alınır. Bazı ürünlerde bu iki basamak birleştirilerek hem temizleme hem de primer ödevini gören "self etching primer"ler ortaya çıkmıştır. Scotchbond 2 (3M) sisteminde yer alan Scotchprep, HEMA ve maleik asidi birarada içerir. Böylece uygulama basamağı teke indirilmiştir [40].

Bir primerdeki moleküller genellikle iki farklı fonksiyonel grup içerirler. Bir tanesi substrat yüzeyine ilgisi olan diğeri ise adeziv materyale ilgisi olanıdır. Bu primerler sıklıkla adezyon artırıcılar (promoter) olarak adlandırılırlar. Pekçok dentin adeziv sisteminde, primerler, dentin ile uyumlu hidrofilik fonksiyonel grup içeren moleküller ve hidrofobik rezin adeziv ile uyumlu hidrofobik grup taşırlar [28].

c) Dentin Adezivler (Kimyasal aktivite gösteren bonding ajanlar)

Konvansiyonel mine bağlayıcı ajanları BIS-GMA ve TEDGMA gibi hidrofobik monomerlerden oluşur. Dentin adezivler ise bu hidrofobik monomerler yanında dentini ıslatmalarını artıracak adezyon artırıcı (adhesion promoter) moleküller içerirler. Bu adezyon artırıcı moleküllerden en fazla kullanılanı hidrofilik HEMA'dır. Dentin adezivler primer uygulanmış dentin ile reaksiyona girebilen iki veya çok işlevli moleküller içeren gruplar ve kompozit dolgu

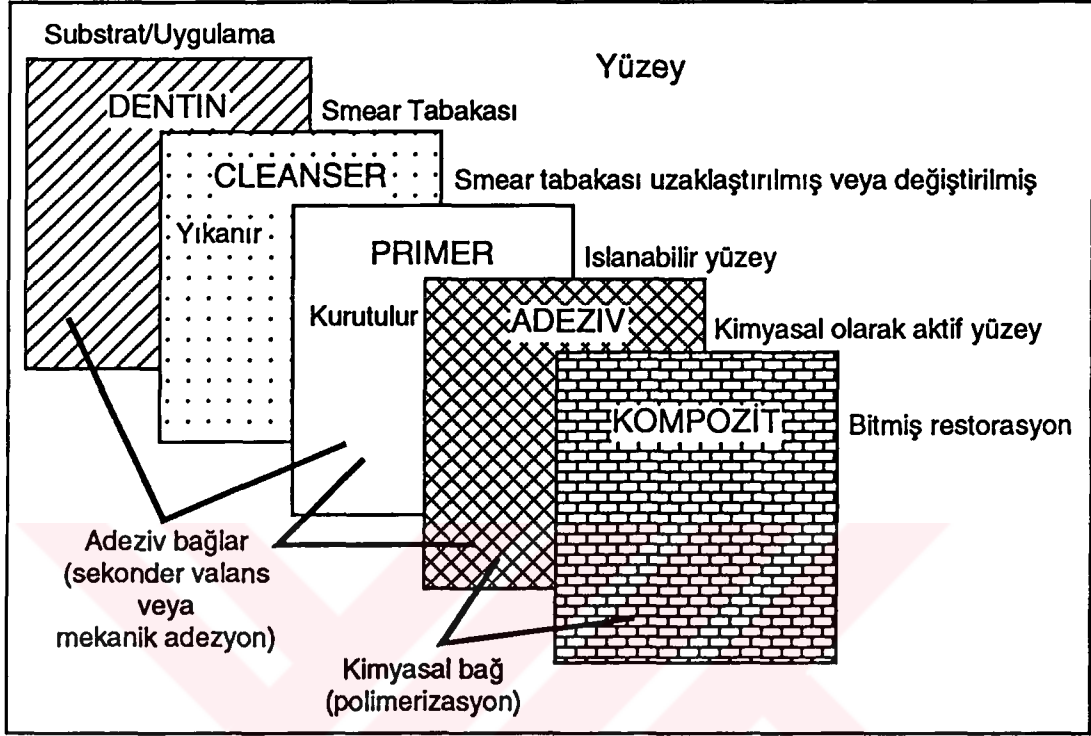
maddesine bağlanan metakrilat grupları taşırlar [3]. Şekil (9)'da dentin adezivlerin kimyasal yapısı görölmektedir.



Şekil 9. Dentin Adezivlerin kimyasal yapısı [3].

Dentin adezivlerin bir kısmı doldurucu parçacık içermezken, (Scotchbond 2, Amalgambond) bazıları doldurucu parçacık içerirler (Denthesive II, Optibond).

Dentine temizleyici (cleanser) sürölüp yıkandıktan sonra primer uygulanır. Amalgambond (Parkell) sisteminde "activator" adı verilen temizleyici solüsyon uygulanıp yıkandıktan sonra primer olarak "adhesive agent" adı verilen HEMA içerikli solüsyon sürölür ve yüzeyde kurumması beklenir. Bu uygulamayı tek basamağa indiren asidik primerler ise yüzeye sürölüp kurutulur. Denthesive II (Kulzer) ve Scotchbond 2 (3M) sistemleri böyledir. Oysa Optibond (Kerr) sisteminde yüzeye sürülen asidik primer ışıkla polimerize edilir. Bir sonraki aşamada primer ile deęişime uğramış dentin yüzeylerine adezivler uygulanır. Amalgambond sisteminde adeziv katalizör ve bazı karıştırılması sonucu kimyasal yolla kendiliğinden polimerize olur. Scotchbond 2 ve Denthesive II sistemlerinde ışık ile polimerizasyon sağlanır. Bazı sistemlerde ise Optibond sisteminde olduğu gibi hem ışıkla hem de kimyasal yolla (dual cure) kombine polimerizasyon söz konusudur. Şekil (10)'da Adeziv sistemlerin uygulama basamakları görölmektedir.



Şekil 10. Dentine adezyonda yer alan uygulama basamakları.

B- DENTİNE BAĞLANMA MEKANİZMALARI

Dentin adeziv rezinlerin dentine adezyonu ile ilgili çeşitli mekanizmalar ileri sürülmüştür:

1. Dentinin inorganik yapısına primer kimyasal adezyon
2. Dentinin organik kısmına primer kimyasal adezyon
3. Demineralize dentin yapısına rezin monomerlerin difüzyonu yoluyla mikromekanik adezyon [56].

Fosfatlar, aminoasitler, aminoalkoller ve dikarboksilatlar içeren adezivlerin dentindeki kalsiyuma iyonik bağ yaptığı ileri sürülmüştür. Başlangıçta dentinin inorganik yapısına kimyasal adezyon üzerinde durulmuştur. Daha sonraları araştırmacılar dentinin kollajenine adezyon sağlama arayışlarına yöneldiler.

Kollajen molekülündeki hidroksil, karboksil, amino ve amido gruplarıyla reaksiyona girebilen izosiyanat, karboksilik asit klorür, aldehit ve anhidrit grupları içeren adezivler kullandılar [3].

Günümüzde dentin adeziv rezinlerin dentine primer kimyasal adezyon yaptığını gösteren veriler yoktur [71,25,88,81].

Mikromekanik adezyon birçok dentin adeziv sistem için en olası mekanizmadır. Nakabayashi [56] mikromekanik adezyonun dentine rezin monomer infiltrasyonu sonucu oluşabildiğini belirtmiştir. Demineralize olmuş dentindeki boşluklara nüfuz eden rezin monomerler kollajen ve hidroksiapatitin etrafında polimerize olarak aside dirençli rezinle güçlendirilmiş dentin ya da başka bir deyişle hibrid tabakasını oluştururlar [28].

Adezyonun hangi türü olursa olsun yüzeyin adeziv tarafından iyi bir şekilde ıslatılması (wetting) şarttır. Van der Waals kuvvetlerinin (sekonder valans kuvvetleri) mikromekanik bağlanmada başlangıçta yakın değimin sağlanmasında rolü olduğu bildirilmiştir [81].

C) DENTİN ADEZİV SİSTEMLERİN SINIFLANDIRILMASI:

Yıllardır kullanıma sunulmuş olan çok sayıda dentin adeziv sistemleri kronolojik sıralarına ve bağlanma dayanıklılıklarındaki artışa bağlı olarak kuşaklara ayrılarak sınıflandırılırlar.

Birinci kuşak dentin Adezivler

İlk olarak 1965'de Bowen yüzey aktif bir komonomer olan N-fenilglisin glisidil dimetakrilat'ı geliştirdi. Bu madde ile birlikte kullanılan gliserofosforik asit

dimetakrilat'ın fosfat gruplarının dentindeki kalsiyum ile şelasyon yaptığı düşünülüyordu. Bu grupta yer alan bir ürün olan Cervident (SS White) ile yapılan çalışmada dentine adezyon çok zayıf bulundu (2.8 ± 2.1 MPa). Kısa süre sonra bu ürünlerin kullanımına son verildi [10].

İkinci kuşak dentin Adezivler

İkinci kuşak dentin adeziv sistemlerde, Bis-GMA rezinlere eklenmiş polimerize olabilen fosfatlar kullanılmıştır. Mineralize diş dokularındaki kalsiyuma bağlanmak üzere fosfat grubu kullanan adezivlere genel olarak fosfat bağlayıcı sistemler denir. İlk ticari ürünlerden bir Clearfil'dir (Kuraray, Japan). Bu ürün HEMA ve bir fenilfosfat esterinin (Phenyl P) reaksiyon ürünüdür. Daha sonra Bis-GMA'nın bir halofosfor esteri, Scotchbond (3M) adıyla piyasaya sürüldü. Bu sistemlerin dentine bağlama dayanıklılığı ortalama 1-3 MPa gibi düşük değerlerdedir [50,69].

Üçüncü kuşak dentin adezivler

1980'lerin ilk yarısında kullanıma sunuldu. Bu yeni kuşak dentin adeziv sistemlerinde, rezin adeziv uygulanmadan önce dentin yüzeyi temizleyici ve primerler ile hazırlanır. Gluma (Bayer), Scotchbond II (3M) ve Tenure (Den-Mat) üçüncü kuşak dentin adezivlere birkaç örnektir. Bu ürünlerin kompozitleri dentine bağlama dayanıklılıkları 10-12 MPa olarak saptandı [10,50].

Bu sistemlerin primerleri dentin yüzeyinden smear tabakası uzaklaştırmaya yetecek derişimde çeşitli asitler içerir. Asitler aynı zamanda dentin yüzeyindeki mikroçatlakları genişletir. Daha sonra primerin rezin bileşeni bu küçük boşluklara ve kısmen açılmış dentin tübüllerine nüfuz eder.

Polimerizasyondan sonra, rezin primer, dentin yüzeyinin derinliklerine doğru çok sayıda uzantılar oluşturarak güçlü mikromekanik bağlanma sağlar [50].

Çok sayıda klinik çalışma sonucunda üçüncü kuşak dentin adezivlerin mekanik 'undercut'lar içermeyen dentin kavitelerinde öncüllerinden daha başarılı oldukları fakat henüz dişhekimliği pratiği için ideal düzeye gelmedikleri bildirilmiştir.

Dördüncü kuşak dentin Adezivler (Mineralize dokular, porselen ve metale adezyon gösteren çok amaçlı adezivler)

Dentin adezivlerde en büyük gelişmeler çok yakın tarihlerde olmuştur. Dr. Nobuo Nakabayashi tarafından geliştirilen dentin adeziv sisteminin ilk komponenti % 10 sitrik asit ve % 3 demir klorür içerir ve bu nedenle 10:3 solüsyonu olarak adlandırılır. Sitrik asit dentin matriksindeki hidroksiapatiti 5-10 µm derinliğe kadar çözer. Demir klorür ise açığa çıkan kollojen liflerinin denatürasyonunu ve kollapsını önler [54,63]. Primerin rezin monomer bileşeni açığa çıkan kollajen liflerine nüfuz edip tamamen sarar. Sistemin rezin adeziv komponenti sadece dentine değil aynı zamanda metallere, mineye ve porselene de bağlanabilen 4-META'dır. Dentin ve polimerin birlikte oluşturdukları yapıya "hibrid tabakası" adı verilir. Bu teknolojik gelişme çok önemlidir çünkü hibrid tabakası mikroorganizmaların veya kompozit rezinin kimyasal bileşenlerinin pulpaya sızmasını engelleyen en etkili yapıdır. C & B Metabond ve Amalgambond bu ürünün piyasaya sunulmuş şekilleridir [50].

Bir diğer sistem All-Bond -2 (Bisco) adıyla kullanıma sunulmuştur. Bu sistemde dentin temizleyici olarak %10 fosforik asit kullanılır. Bu asit dentin yapısındaki hidroksiapatiti seçici olarak çözer. Sadece dentinin yüzeyinde

kalmaz 50-100 µm derinliğe kadar dentin tübüllerine doğru akar. Daha sonra yanlara doğru peritübüler dentine 5-10 µm kadar nüfuz eder. Primeri aseton ve Biphenyl dimetacrylate (BPDM)'den oluşur. Asit uygulanmış dentindeki kollajen lifler arasındaki boşluklara nüfuz ederek hibrid tabakasını oluşturur [50]. All-Bond 2 sisteminde primerde yer alan aseton dentin yüzeyini kaplayan nemi etkinlikle uzaklaştırır. Bu nem, dentinin asitle temizlenmesi sonucu açığa çıkan tübül ağzlarından dışarı doğru akan dentin sıvısından veya kavite preparasyonunun su ile yıkanmasından sonra tamamen kurutulmamasından kaynaklanabilir.

Bir diğer sistem olan Scotchbond Multi Purpose (3M) % 10 maleik asit kullanarak dentin yüzeyini temizler ve hidroksi apatiti seçici olarak çözer. Bu sistem seramik, kompozit ve metallere de bağlanma sağlar.

Optibond (Kerr) ve Prisma Universal Bond (L.D. Caulk) hibrid tabakası oluşturan, yüksek derecelerde bağlanma direnci gösteren ve çeşitli materyallere bağlanabilen diğer sistemlerdir [50]. Dördüncü kuşak dentin adezivlerin dentine bağlanma dayanıklılığı 12-22 MPa olarak saptanmıştır [10]. Bu yeni adeziv sistemlerin dentin yüzeyine etkinlikle bağlanabilmesinin yanında odontoblast uzantıları üzerindeki fizyolojik etkileri de önemlidir. Dentin yüzeyinde ve peritübüler dentinde hibrid tabakasının oluşması sonucu odontoblastik uzantıların iletimi kesilir. Dentinin sızdırmaz şekilde örtülmesi sonucu tübüllerden sıvı akımı durur. Sonuçta postoperatif duyarlılık önlenir. Hibrid tabakası, mikroorganizmaların ve toksinlerin tübüllere ve daha sonra da pulpaya girişini önleyecek şekilde geçirimsiz bir yüzey oluşturur. Diş nekrozlarında dolgu maddelerinden çok, pulpa odasına sızan mikroorganizmaların etkili olduğu bilinmektedir [50].

D- NEMLİ DENTİNE ADEZYON

Dentin adezivlerin klinik kullanımında görülen en son deęişiklik nem varlığında uygulanmalarıdır. Oysa geçmişte dentin yüzeyindeki nemin başarılı bağlanmayı önledięi yaygın bir kanıydı. Pulpa basıncını taklit eden bir in vitro model ile yapılan çalışmada Scotchbond 2'nin nem varlığında bağlanma direncinin kuru dentine göre yarı yarıya azaldığı saptanmıştır [52]. Başka bir çalışmada çok küçük miktarlardaki yüzey neminin dahi dentine bağlanmayı olumsuz etkiledięi görülmüştür [35]. Fakat son zamanlarda kullanıma sunulan pek çok ürünün nemli dentin yüzeyine de aynı etkinlikle bağlandığı deneysel çalışmalarla gösterilmiştir. Carlton ve Beatty [20] çalışmalarında Scotchbond MP ve Optibond ile nemli dentine bağlanma direçlerini kuru dentinden daha fazla bulmamakla birlikte nem varlığında bağın olumsuz etkilenmediğini bildirmişlerdir.

Günümüzde pek çok dentin adezivin aseton esaslı hidrofilik primer solüsyonları içermeleri nedeniyle nemli dentin ile de güçlü bağlar yapabildikleri ileri sürülmektedir [20]. Kanca [45], asetonun monomerlerin nemli dentine nüfuzunu arttırdığını ileri sürmüştür. Nüfuzdan sonra aseton uçar ve monomerler güçlü mikromekanik tutuculuk sağlamak üzere polimerize olurlar. Scotchbond MultiPurpose ve Optibond gibi primerlerinde aseton bulunmayan adezivlerin primerlerinin son derece hidrofilik özellięi monomerlerin dentine mikromekanik tutuculuęu sağlayacak şekilde nüfuzuna izin verir. Scotchbond MultiPurpose primerindeki polikarboksilik asidin nemli dentine bağlanmada etkili olduęu ileri sürülmüştür. Scotchbond MultiPurpose ve Optibond gibi 4. kuşak adezivler hidrofilik monomer olan HEMA içerirler [20].

Arařtırmacılar asit uygulanarak demineralize olmuş dentin yüzeylerinin hava ile kurutulduğunda kollajenin büzüldüğünü ve lifleri arasındaki boşlukların küçüldüğünü bildirmişlerdir [79]. Kollajenin bu kollapsı, boşluklu yapıyı azaltarak daha sonra uygulanacak adeziv rezinlerin demineralize dentin derinliklerine yeterince nüfuzuna izin vermez dolayısıyla hibrid tabakasının oluşması engellenir. Bu durum ıslak bağlanma (wet bonding) tekniğinin hava ile kurutulmuş dentine bağlanma dayanıklılığına göre daha yüksek bağlanma değerleri vermesinin nedeni olabilir [62].



IV. DENTİNE ADEZYONUN İN VİTRO DEĞERLENDİRME YÖNTEMLERİ

Dentin adezivlerin kompozit dolgu maddelerini dentine bağlamada ne derece etkili olduğunu saptamak amacıyla çeşitli yöntemler kullanılarak in vitro araştırmalar yapılır. Bu araştırma yöntemlerini şu şekilde sıralayabiliriz.

1. Dentinin ıslanabilirliği üzerindeki etkilerin incelenmesi
2. Bağlanmanın kopmasına karşı direncin (bond strength) ölçülmesi
3. Yüzey taramalı eletron mikroskobu (SEM) incelemeleri
4. Dolgu kenarlarından mikrosızıntının incelenmesi
5. Kavite duvarları ile dolgu arasındaki boşluğun (marginal gap) incelenmesi.

ISLANABİLİRLİK (WETTABILITY) VE YÜZEY GERİLİM ÇALIŞMALARI

Dentinin çeşitli adezivler ile ıslanabilirliği ve farklı adeziv sistemlerindeki, primer ve adezivlerin uygulanmasından sonra γ_c 'sinin belirlenmesi için değme açısı ölçümleri yapılır. Bu amaçla ganyometre adı verilen özel optik aygıtlar kullanılır.

Dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimi (γ_c) az sayıda araştırmacı tarafından incelenmiştir. Bir çalışmada, in vitro ölçümler, dentinin γ_c 'sinin 37°C ve % 100 nispi nemde 39.5 dyn/cm ve 23°C ve % 50 nispi nemde 39-49 dyn/cm olduğunu göstermiştir. Ayrıca suyun dentin üzerinde yaptığı değme açısı ile shear bond strength arasında ilişki (korelasyon) saptanmıştır [78].

Glantz [33], değme açısı ölçümleri ve mine ile dentin γ_c 'sinin değerlendirilmesi için altı klasik deney sıvısı kullanmıştır. Çalışma sonucunda dentin ve

minenin benzer ıslanabilirlik gösteren düşük enerjili materyaller ile kaplı olduğunu ve γ_c 'lerinin 42.7 ve 63.8 dyn/cm arasında olduğunu göstermiştir.

Bir klinik çalışmada iki bireyin sağ ve sol üst ön dişlerinin bukal yüzeylerinin çeşitli sıvılar kullanılarak değme açıları ölçülmüştür. γ_c değeri 32 dyn/cm olarak saptanmıştır. Aynı çalışmada fosforik asit uygulanmış yüzeyin γ_c 'sinin 44 dyn/cm'ye çıktığı görülmüştür. Böylece fosforik asit uygulamasının yüzeyin adezivliğini artırdığı saptanmıştır [6].

Bazı metal florür solüsyonları mine ve dentinin ıslanabilirliğini ve sonuç olarak adezivliğini azaltır [34]. Bu florür uygulamalarının yüzey etkilerinden biri herhangi bir uygulama yapılmamış mine ve dentin yüzeylerinde gözlenen polar kuvvetler ve hidrojen bağlarının artık saptanamamasıdır [34].

Metal florür solüsyonları mine ve dentinin ıslanabilirliğini azaltırken, asit uygulaması yüzeyi kaplayan organik tabakayı etkileyerek dişlerin adezivliğini artırır. Mine ve dentin yüzeylerindeki organik tabaka in vivo olarak birkaç saniye içinde oluşur. Dişin adezivliğinin artması için gerekli koşul γ_c 'yi arttırmak için bu organik tabakanın uzaklaştırılmasıdır [34].

Fakat dentine asit uygulanması sonucu γ_c değerinde önemli oranda düşüş olduğu Benediktsson ve arkadaşları [12] tarafından bildirilmiştir. Asit uygulama sonucunda dentinin demineralize olmasının bu düşüşte etkili olduğu ileri sürülmüştür [26].

Dentinin γ_c değeri ile ilgili son çalışmalardan birinde frezle aşındırılmış dentinin γ_c değeri 39.5 dyn/cm olarak bildirilmiştir [27]. Benediktsson ve arkadaşları [12] ise smear tabakası ile kaplı dentinin γ_c 'sini 42,23 dyn/cm olarak belirlemiştir.

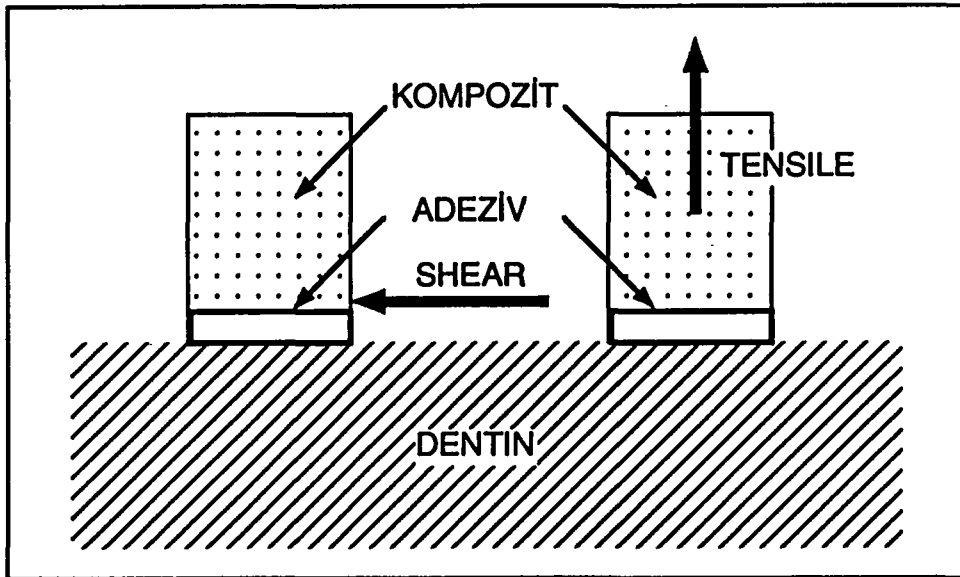
BAĞLANMA DAYANIKLILIĞINI (BOND STRENGTH) ÖLÇME TESTLERİ

Bağlanma dayanıklılığı adeziv-adherend yapışma yüzeyinde veya yakınında bağlanmanın kopması için birim alana uygulanması gereken kuvvettir [91]. Bir bağlanmanın dayanıklılığı, bağlanma yüzey alanı ile ilgilidir ve hesaplamaların yapılabilmesi için bu alanın yüzey ölçümünü bilmek gerekir. Bağlanma dayanıklılığının birimi $MN/m^2 = N/mm^2 = MPa = 10.2 \text{ kg/cm}^2$ 'dir. Bir dolgu ve kavite duvarının yapışma yüzeyinde gerilim (stress) komplekstir. Fakat esas olarak tensile (çekme) veya shear (makaslama) tipi stresler olarak tanımlanırlar. Bir bağın kopma direncinin saptanmasında tensile ve shear test yöntemleri kullanılır.

Tensile test: Bağlanma dış yüzeyine 90° lik açıyla uygulanan kuvvet tarafından koparılır.

Shear test: Bağlanma dış yüzeyine paralel uygulanan kuvvet tarafından koparılır.

Şekil 11'de bağlanma dayanıklılığı test yöntemleri şematize edilmiştir.



Şekil 11. Shear ve tensile test yöntemleri.

SEM (YÜZEY TARAMA ELEKTRON MİKROSKOBU) İLE İNCELEME

Adezyonda yer alan yapışma yüzeyleri hakkında bilgi edinmek için diğer yöntemlerle birlikte SEM çalışmaları da gerçekleştirilir. Dentinin asitler ile temizlenmesinin smear tabakası üzerinde etkisi SEM çalışmaları ile değerlendirilir [15,65]. Bağlanma dayanıklılığı testleri sonucu bağlanmanın koptuğu yüzeylerin SEM incelemeleri, kopmanın adeziv veya koheziv olduğunu saptamada yardımcıdır [22,29]. Dentin-kompozit yapışma yüzeylerinin SEM ile incelenmesi dentine bağlanmada adezyonun türü ve ıslanabilirlik hakkında bilgi verir. Argon-iyon bombardımanına uğratılmış yapışma yüzey kesitlerinin SEM ile incelenmesi rezin-dentin interdifüzyon alanının (hibrid tabakası) ince yapısını aydınlatmada yardımcıdır [40,79,80].

DOLGU KENARLARINDAKİ BOŞLUKLAR VE KENAR SIZINTISININ İNCELENMESİ

Dentin adezivlerin, kompozit ile dentin arasındaki sızdırmaz birleşmeyi sağlamadaki etkinlikleri çeşitli boyalar veya işaretli izotoplar ile in vitro sızıntı incelemeleri yaparak saptanır. Kompozit dolgu maddelerinin polimerize olması sonucunda moleküller arası mesafe azalır ve kompozitte kontraksiyon (büzülme) olur [49]. Kompozit büzülmesi sonucu restorasyon kenarlarında oluşan aralıklar yaklaşık 5-20 µm genişliğindedir. Bu aralıklar yaklaşık 1 µm çapındaki mikroorganizmaların yerleşmesi için çok elverişlidir. Dentin tübüllerinden devamlı olarak akan sıvı da bu boşlukta iletimi sağlar. Pulpa patolojilerinin temel nedeni mikroorganizmaların bu boşluk yoluyla yarattığı enfeksiyondur [61].

Kompozit dolgu kenarlarındaki aralıkların ölçülmesi, dentin adezivin polimerizasyon büzülmesine karşı direncini değerlendirmede yararlı bir yöntemdir [26].

GEREÇ VE YÖNTEMLER

Bu arařtırmada kullanılan dentin yüzeylerinin hazırlanması; Türk Traktör Fabrikasında, deney sıvılarının yüzey geriliminin ölçümü; ODTÜ Kimya Bölümünde, değme açısı ölçümleri; H.Ü. Kimya Mühendisliđi Bölümünde, SEM çalışmaları; MTA Enstitüsünde ve tüm istatistiksel değerlendirmeler; H.Ü. İstatistik Bölümünde gerçekleştirildi.

Dentin Yüzeylerinin Hazırlanması

Bu çalışmada çekilmiş, çürüksüz yirmi yaş dişleri kullanıldı. Dişler temizlenip yıkandıktan sonra % 70'lik etanol içinde saklandı, fakat deneysel çalışmanın başlangıcından bir ay önce ve çalışma süresince distile su içinde bekletildi. Daha sonra 1.5 cm çaplı silindirik kalıplar içindeki polimetilmetakrilat rezine, sadece kronları açıkta kalacak şekilde yerleştirildiler. Böylelikle ölçümler sırasında sabit durmalarını sağlayacak bir kaide oluşturuldu. Deneysel dentin yüzeyinin hazırlanması için dişlerin okluzal yüzeyleri elmas fissur frez ile, su soğutmalı olarak sulkus tabanlarına ulaşana kadar aşındırıldı. Daha sonra bu yüzeyler Türk Traktör Fabrikasında bulunan polisaj makinasında (Struers, Rotopol 2, Holland) sırasıyla 180, 240, 400 ve 600 gritlik silikon karbit kağıt diskler (Buehler, USA) ile su soğutması altında parlatılarak standart hale getirildi. Dentin yüzeyleri distile su ile yıkanıp hava ile kurutulduktan sonra mine artıklarının kalmadığından emin olmak için x50 büyütmede mikroskop altında incelendi.

Değme Açısı ölçümlerinde kullanılan deney sıvıları

Bu çalışmada dentinin ıslanma yüzey geriliminin belirlenmesi amacıyla distile su, gliserin (gliserol), thiodiethanol, diiodometan (metilen iyodid), α -

bromonaftalin, dicyclohexyl ve n-decan kullanıldı. Bu deney sıvılarının kimyasal formülleri ve üretici firmaları Tablo (5)'de görülmektedir.

Deney sıvılarının gerek saklama süresince gerekse kullanım sırasında dış etkenlerle bozulmaması için özen gösterildi. Özellikle metileniyodid ışığa duyarlı ve çok reaktif olduğundan dikkatle kullanıldı.

Tablo (5) Değme Açısı Ölçümlerinde Kullanılan Deney Sıvıları

Deney Sıvısı	Kimyasal Formül	Üretici Firma
1- Distile su	H ₂ O	-
2- Gliserol	C ₃ H ₈ O ₃	Merck
3- Thiodiethanol	HOCH ₂ SCH ₂ CH ₂ OH	Eastman Kodak
4- Metileniyodid	CH ₂ I ₂	Aldrich
5- α-Bromonaftalin	C ₁₀ H ₇ Br	Merck
6- β-metilnaftalin	C ₁₀ H ₇ CH ₃	Aldrich
7- Dicyclohexil	C ₆ H ₁₁ C ₆ H ₁₁	Merck
8- n-decan	CH ₃ (CH ₂) ₈ CH ₃	Merck

Deney sıvılarının yüzey gerilim ölçümleri

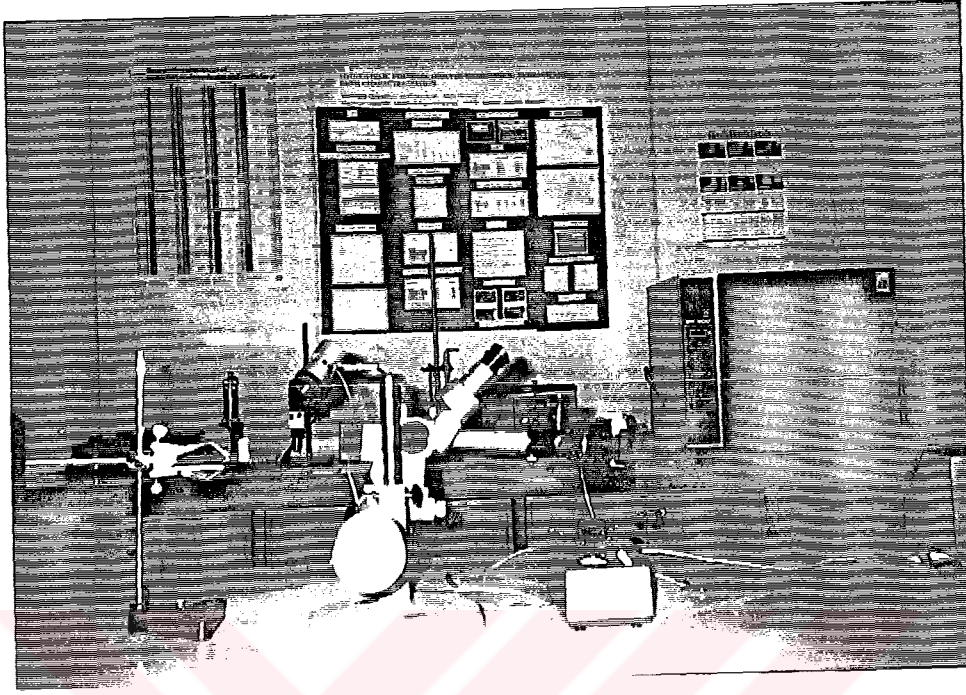
Bu çalışmada kullanılan tüm deney sıvılarının yüzey gerilimleri ölçüldü. Yüzey gerilim ölçümleri ODTÜ Kimya Bölümünde bulunan Du Noüy tensiyometre (Krüss, Hamburg) kullanılarak yapıldı. Bu aygıt ile sıvıların yüzey gerilimini ölçmede platin iridyum tel halka yöntemi kullanıldı. Bu yöntemde yüzey gerilimi ölçülecek olan sıvı çift duvarlı cam beher içine dolduruldu. Ölçüm yapılacak sıvının koyulduğu beher yükseltip, alçaltılabilen bir düzeneğe oturtularak önce beher düzenekle birlikte yükseltildi. Daha sonra sıvının içine

platin iridyum telden yapılmış 5 mm çapındaki halka batırıldı. Dengeye ulaşıldıktan sonra, düzenek halka ile sıvının değimi kopana kadar alçaltıldı. Bu deneyde tüm ölçümlerde halkanın sıvıdan ayrılma hızı 2.4 cm/dakika olarak ayarlandı. Tel halkanın sıvı içinden çıkartılırken sıvı ile değiminin kopmasını sağlayacak ağırlık yükü dyn/cm olarak kaydedildi. Deneysel sistemin kontaminasyon olasılığını en aza indirmek için aşırı özen gösterildi. Herbir yüzey gerilim ölçümünün başlangıcında ve sonunda platin-iridyum halka önce benzende yıkandı, daha sonra asetondan geçirildi ve en son olarak kurutulup akkor hale gelene kadar gaz alevine tutuldu. Böylece tel halkanın kontaminasyonu önlendi. Deney sırasında kullanılan tüm cam malzemeler önce deterjan ile yıkanıp, kromik sülfürik asit solüsyonundan geçirildiler. Daha sonra deiyonize distile su ile defalarca çalkalandılar. Yüzey gerilim değerleri birim uzunluk başına direnç kuvveti olarak dyn/cm cinsinden hesaplandı. Her bir deneme sıvısı için 10 ölçüm yapıldı (N=10).

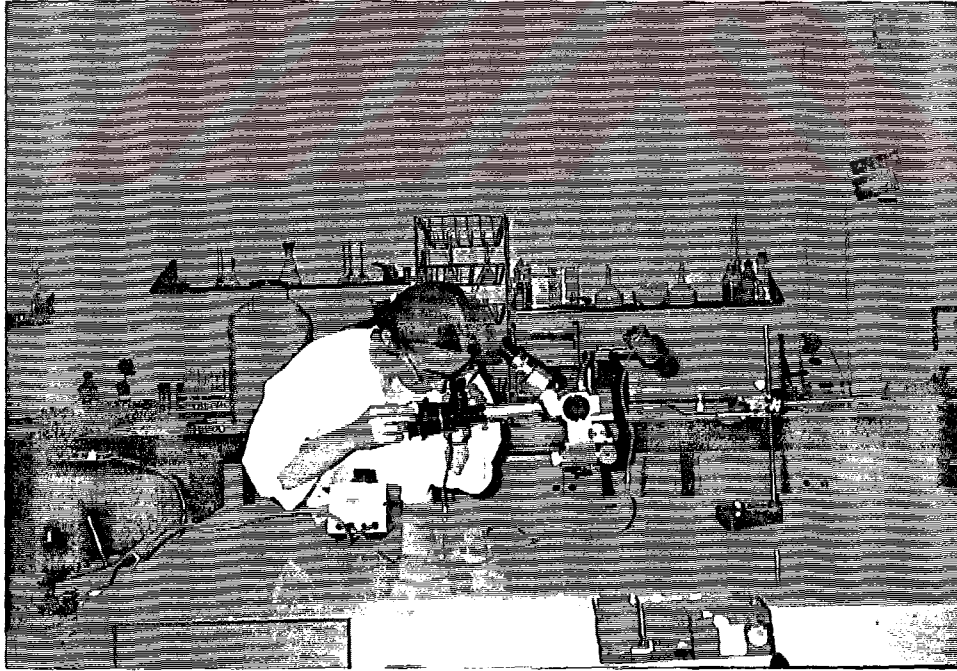
Değme Açısı Ölçümleri

Çalışmada kullanılan yüzeylerin değme açısı (θ) değerleri ganyometre (Olympus, Japan) yardımıyla saptandı (Resim 1,2). Değme açısı ölçümleri oda sıcaklığında (22°C-25°C) gerçekleştirildi ve ortamın nemi dikkate alınmadı. Sıvının üzerine damlatılacağı örnek, yüksekliği ayarlanabilir bir düzeneğe yerleştirildi ve sabitlendi. Işık gücü ayarlanabilir bir lamba ile örnek üstten aydınlatıldı.

Deney sıvısı, dentin örneğinin yüzeyine yeni alevden geçirilmiş fakat soğutulmuş, 0.25 mm çapında saf platin tel ile taşındı. Tel sıvı içine batırıldı ve az miktarda sıvı katı örnek yüzeyine damlatıldı. Damlanın boyutu telin sıvı içine batan kısmını kontrol ederek sabit tutuldu.

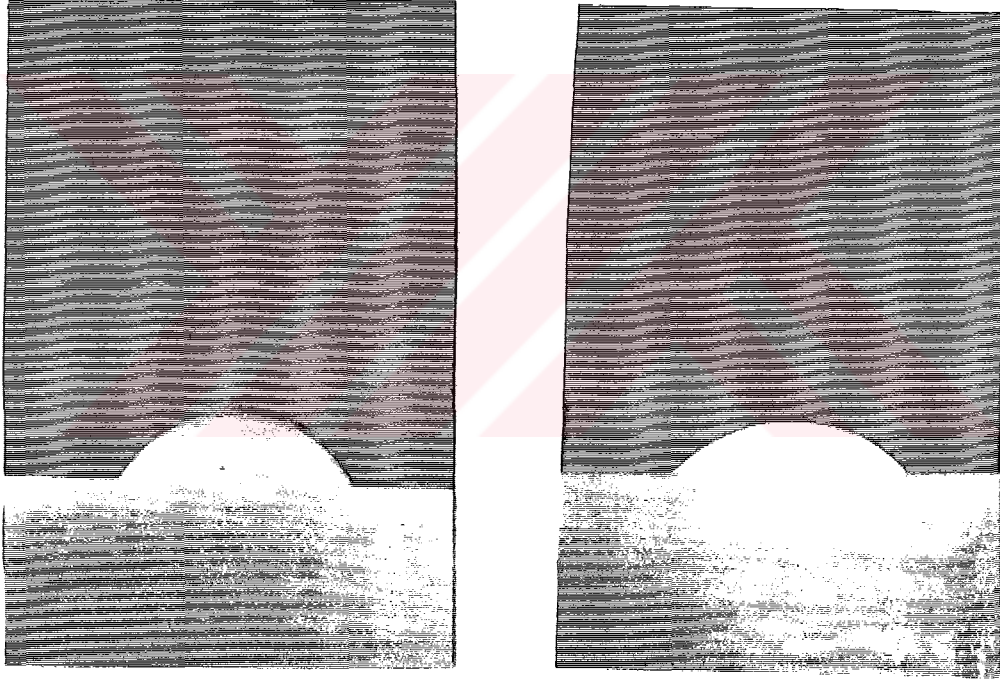


Resim 1. Değme açısı ölçümünde kullanılan ganyometre (Olympus, Japan).



Resim 2. Ganyometre ile çalışma şekli.

Ganyometrenin tüm ayarları yapıp sıvı damlası odaklandığında açık yeşil zemin üzerinde damla parlak sarı halde görüntüye girdi. 160 büyütme objektife sahip olympus marka ganyometreye monte edilen bir fotoğraf makinası ile görüntü fotoğraflandı. Daha sonra elde edilen fotoğraftan damlanın üzerinde bulunduğu katı yüzeyi ile yaptığı açı sağdan ve soldan ayrı ayrı ölçülüp ortalaması alındı. Resim (3)'de ganyometreden sıvı damlasının görünümü izlenmektedir.



Resim 3. Ganyometreden sıvı damlasının görünümü.

Bu çalışmada yer alan dentin adeziv sistemlerinin farklı yüzey uygulamaları sonucunda elde edilen deneysel yüzeylerin ıslanma kritik yüzey gerilimlerinin hesaplanması için toplam 90 adet yüzey kullanıldı. Ayrıca aşındırılmış dentin yüzeyinin γ_c 'sinin hesaplanması için 10 yüzey kullanıldı.

Çalışmada kullanılan dentin adeziv sistemler

Bu çalışmada ticari olarak kullanıma sunulmuş dört değişik dentin adeziv sistem kullanıldı (Resim 4,5). Bu sistemlerin üretici firmaları, uygulama basamakları ve isimleri Tablo (6)'da görülmektedir.

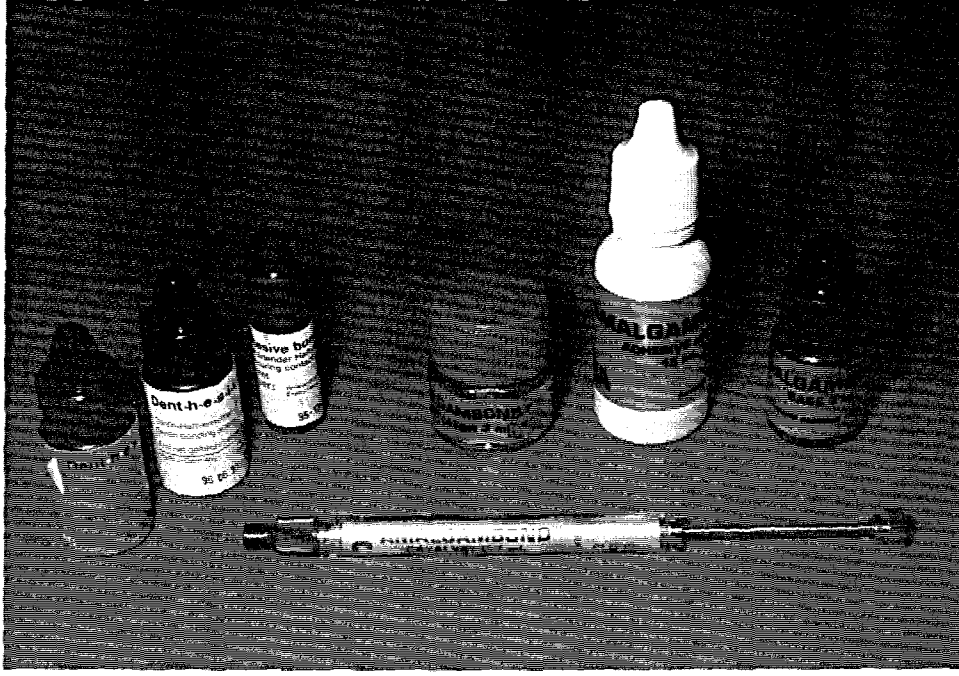
Bu sistemlerden sadece Amalgambond dentin temizleyicisi içerir. Dentin temizleyicisinin kimyasal içeriği ve uygulama şekli Tablo (7)'de görülmektedir. Amalgambond "activator" sünger pelet ile dentine uygulandı, 10-15 sn beklendikten sonra suyla yıkanıp hava ile kurutuldu.

Tablo (6) Çalışmada Kullanılan Dentin Adeziv Sistemler.

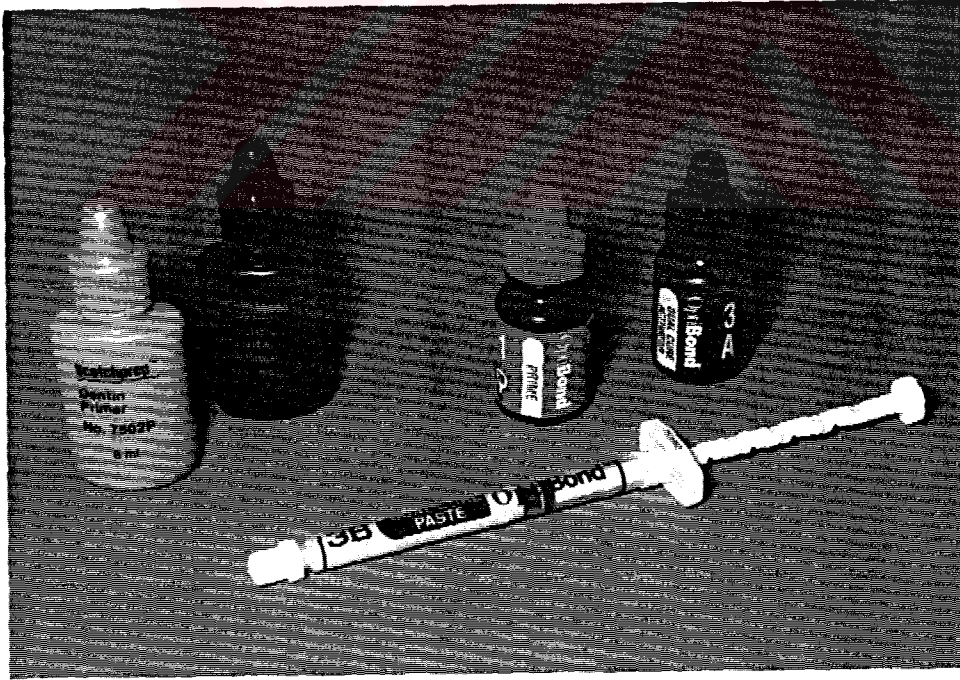
Adeziv Sistem	Üretici	Temizleyici (Cleanser)	Primer	Adeziv (Bonding Agent)
1. Scotchbond 2	3M Dental Products Div., St. Paul, MN 55144 1000 USA	-	Scotchprep Dentin primer	Scb 2 Light cure dental adhesive
2. Denthesive II	Heraeus Kulzer, Germany	-	Denthesive Primer A + B	Adhesive Bond II
3. Amalgambond	Parkell Farmingdale N.Y. 11735 USA	Amalgambond Activator	Amalgambond Adhesive Agent	Amalgambond Base + Amalgambond Catalyst
4. Optibond	Kerr Manufacturing Comp. Romulus MI 48174 USA	-	Optibond Primer	Optibond Dual cure activator 3A + Optibond Dual cure paste 3B

Tablo (7) Dentin Temizleyiciler.

Dentin temizleyici	Kimyasal içerik	Uygulama şekli	Seri no
Amalgambond Activator	% 10 sitrik asit % 3 demir klörür polivinilalkol	10 sn süreyle uygulanır ve hava ile kurutulur	10802



Resim 4. Çalışmada kullanılan adeziv sistemlerden Denthesive II ve Amalgambond.



Resim 5. Çalışmada kullanılan adeziv sistemlerden Scotchbond 2 ve Optibond.

Bu çalışmada kullanılan dört dentin adeziv sistemde de dentin yüzeyine primer uygulanır. Scotchbond 2 sisteminde primer maleik asidin sulu solüsyonu ve hidrofilik metakrilat monomerinden (HEMA) oluşur. "Scotchprep" dentin primeri, dentin yüzeyine 60 sn süreyle uygulandı. Yüzey 15 sn süreyle hava ile kurutuldu. Denthesive II sisteminde "Primer A ve B" solüsyonlarından birer damla karıştırılarak dentin yüzeyine kalın bir tabaka halinde sürüldü. 30 sn beklendikten sonra hava sıkılarak fazlası uzaklaştırıldı ve yüzey matlaşana kadar kurutuldu. Denthesive II primer A ve B fonksiyonel maleik asid esterleri ve HEMA türevi içermektedir.

Amalgambond primer "Adhesive Agent" adı altında sunulmuş % 35'lik HEMA solüsyonudur. Daha sonra uygulanacak rezin monomerin dentine infiltrasyonunu artırır. Adeziv ajan dentin yüzeyine sürüldü ve hava sıkılarak inceltildi.

Optibond sisteminde primer olarak 2-(hydroxyethyl) methacrylate (HEMA), Glycerol Phosphate Dimethacrylate (GPDM), Mono(2-metacryloxy Ethyl) Phthalate, etil alkol ve su içeren "Optibond Prime" kullanılır. Primer dentin yüzeyine 30 sn süreyle ovarak sürüldü, 10-15 sn süreyle hafifçe hava sıkıldı. Daha sonra 20 sn süreyle görünür ışıkla polimerize edildi. Tablo (8)'de çalışmada kullanılan dentin adeziv sistemlerin içerdikleri primerlerin isimleri, kimyasal içerikleri ve uygulama şekilleri özetlenmiştir. Sözü edilen primerlerin tümü bir hidrofilik monomer olan HEMA içerir.

Bu çalışmada kullanılan dört dentin adeziv sistemin içerdiği adezivlerin isimleri, kimyasal içerikleri ve uygulama şekilleri Tablo (9)'da görülmektedir.

Çalışmada yer alan Scotchbond 2 ve Denthesive II sistemlerinde kullanılan adezivler uygulamadan sonra görünür ışıkla polimerize edildiler. Diğer iki

sistemden Amalgambond'un adezivi, baz ve katalistin karıştırılması sonucu kimyasal yolla polimerize oldu. Optibond sisteminde yer alan adeziv ise aktivatör (3A) ve patın (3B) karıştırılmasından sonra kimyasal polimerizasyonun yanısıra 30 sn süreyle görünür ışık ile polimerize edildi.

Tablo (8) Çalışmada Kullanılan Dentin Primerleri.

Dentin primeri	Kimyasal yapı	Uygulama şekli	Seri no
1. Scotchprep Dentin Primer	Maleik Asit Metakrilik Asit HEMA	Yüzeye sürülüp kurutulur	7502 P
2. Denthesive II A+B	Maleik Asit Esteri HEMA	A ve B karıştırılır yüzeye sürülüp kurutulur	022
3. Amalgambond Adhesive Agent	% 35 HEMA	Yüzeye sürülüp kurutulur	307415
4. Optibond Prime	2-HEMA Gliserolfosfat- dimetakrilat Mono-2-Methacryloxyphthalate Etil alkol, Su	Işık ile polimerize edilir	246637

Tablo (9) Çalışmada Yer Alan Adezivler (bonding ajanlar)

Adeziv	Kimyasal yapı	Uygulama şekli	Seri no
1. Scb 2 Light cure Dental adhesive	Hidrofilik HEMA Hidrofobik Bis GMA	15 sn ışıkla polimerize edilir	7502 A
2. Adhesive Bond II	% 42 silisyumdioksit Hidrofilik HEMA Hidrofobik metakrilat	40 sn ışıkla polimerize edilir	54
3. Amalgambond Base + Amalgambond Catalyst	4-META, MMA,HEMA Tri-N-Butylborane	2 damla base 1 damla katalist ile karıştırılır, dentine sürülür, hava ile inceltir. 60 sn'de polimerize olur	10703 109053
4. Optibond Dual cure Activator (3A) (Katalist)	Bisfenol A-GMA HEMA Kimyasal ve ışıkla polimerize olan katalist	Bir damla katalizör sıvı ile bir ölçü pat karıştırılır. 30 sn süreyle ışıkla polimerize edilir.	24639
Dualcure paste (3B) (akseleratör)	Baryum silikat Silika Disodyumhekzaflorosilikat Baryumborosilikatcam HEMA Glycerol dimethacrylate (Ağırlıkça % 48 doldurucu içerir)		24640

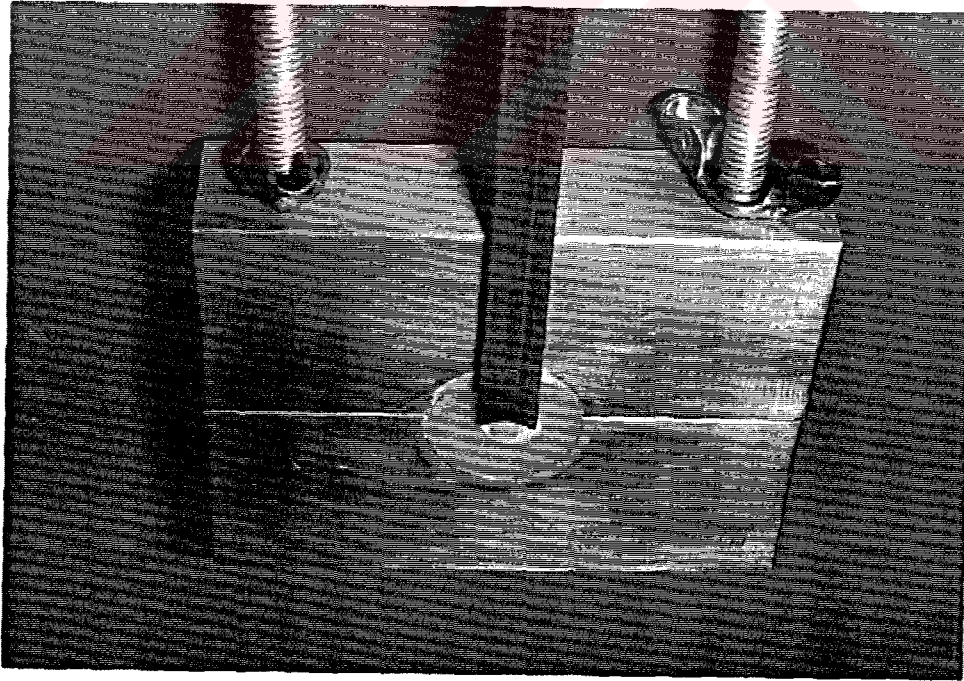
Islanma kritik yüzey gerilimi (γ_c)

Bu çalışmada yer alan tüm adeziv sistemlerin her bir uygulama basamağının, dentin yüzeyinde oluşturduğu ıslanma kritik yüzey gerilim değerleri, yüzey gerilimleri önceden ölçülmüş deney sıvılarının yüzey üzerinde oluşturduğu değme açıları yardımıyla hesaplandı. Grafikte değme açılarının (θ) kosinüs değerleri y eksenine (düşey eksen), deney sıvılarının yüzey gerilim değerleri ise x eksenine (yatay eksen) yerleştirildi. Değme açılarının kosinüslerine karşı deney sıvılarının grafikte oluşturduğu kesişim noktalarından geçen doğrular, aşındırılmış dentin ve farklı uygulamalardan geçmiş dentin yüzeyleri için çizildi. Lineer regresyondan elde edilen doğrunun y eksenini kestiği nokta ile $\cos \theta=1$ için yatay eksen de karşılık gelen değerden ıslanma kritik yüzey gerilimi (γ_c) dyn/cm cinsinden hesaplandı.

Dört dentin adeziv sistemin makaslama tipi kuvvetlere karşı bağlanma dayanıklılığı (Shear Bond Strength)

Bu çalışma için daha önceki bölümlerde belirtildiği şekilde çekilmiş çürüksüz yirmi yaş dişlerinin okluzal yüzeyleri aşındırılarak dentin örnekleri hazırlandı. Polisaj makinasında yüzeyler standart hale getirildi. Herbir dişin düzleştirilmiş yüzeyi 2.5 cm çapında lastik kalıbın merkezine gelecek şekilde konumlandırıldı. Daha sonra kalıplar akıcı kıvamda soğuk akril ile dolduruldu. Herbir adeziv sistem için 20 örnek hazırlandı ($n = 20$). Dört değişik adeziv sistem için toplam 80 adet diş kullanıldı. Akril bloğun merkezinde yer alan dentin yüzeylerine üretici firmaların önerileri doğrultusunda adezivler uygulandı. Daha sonra dentinin tam merkezine 4 mm çapında ve 2 mm yüksekliğinde teflon borudan hazırlanmış silindirik kalıplar yerleştirildi. Kalıbın içine iki tabaka halinde mikrocam esaslı üniversal kompozit (Charisma,

Kulzer) yerleřtirildi. Hava bořluęu kalmamasına özen gösterildi. Herbir tabaka 30 sn süreyle görünür ışıkla (Hilux, Express) polimerize edildi. Örnekler 15 dakika bekletildikten sonra teflon kalıplar çıkarıldı. Daha sonra tüm örnekler distile su içine yerleřtirildi. Bir hafta sonra örnekler Resim (6)'da görölen pirinçten hazırlanmış düzeneęe yerleřtirildiler ve TSE Kontrol Laboratuvarında Instron Model 1185 Üniversal test makinasında (Instron Corp., Canton Mass) 0.5 mm/dakika kafa hızıyla makaslama kuvveti uygulandı. Dentin ile kompozitin baęlantısının koptuęu yük deęeri kg.kuvvet olarak kaydedildi. Daha sonra kompozit silindirin dentine yapıřtırđı yüzeyin alanı mm² cinsinden hesaplandı. Tüm sonuçlar MPa (MN/m²)'e çevrildi. Daha sonra tüm sonuçlar istatistiksel olarak deęerlendirildi.



Resim 6. Shear bond strength testi uygulama düzeneęi.

Farklı yüzey uygulamalarından sonra dentinin γ_c değeri ve kompozitlerin shear bond strength'i arasındaki ilişki

Çalışmada kullanılan her bir dentin adeziv sistemin shear bond strength değeri ve ıslanma kritik yüzey gerilimi arasındaki ilişki (korelasyon) istatistiksel olarak regresyon analizi ile değerlendirildi [73].

Yüzey Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İncelemesi:

Çalışmada yer alan adeziv sistemlerin her bir komponentinin dentin yüzeyine uygulandıktan sonra oluşan değişikliklerin değerlendirilmesi için yüzey taramalı elektron mikroskobu (Topcon ABT-60, Japan) kullanıldı. SEM için hazırlanan örnek dentin kesitleri desikatörde 45 dakika bekletildikten sonra altın ile kaplandı ve 18 kV'de çalışan SEM'de gözlemlendi. Örneklerin 2500 büyütmede fotoğrafları çekildi. SEM çalışması için toplam 10 adet dentin yüzeyi kullanıldı.

ÇALIŞMADA YER ALAN DENEYSEL İŞLEMLER TABLOSU

Tablo (10) Deneysel İşlemler Tablosu

Deneysel Yüzey	Shear Bond Strength	N	SEM	N	Islanma Kritik Yüzey Gerilimi	N
1. Aşındırılmış dentin	-	-	x	1	x	10
2. Scotchbond 2 (Scb)						
Dentin + Scb.primere	-	-	x	1	x	10
Dentin + Scb. primer + Scb. Adeziv	-	-	x	1	x	10
Dentin + Scb. primer + Scb. Adeziv + kompozit	x	20	-	-	-	-
3. Denthesive II (Dt)						
Dentin + Dt.primere	-	-	x	1	x	10
Dentin + Dt. primer + Dt. Adeziv	-	-	x	1	x	10
Dentin + Dt. primer + Dt. Adeziv + kompozit	x	20	-	-	-	-
4. Amolgambond (AB)						
Dentin + AB Activator	-	-	x	1	x	10
Dentin + AB Activator + AB primer	-	-	x	1	x	10
Dentin + AB Act. + AB Pri + AB Adeziv	-	-	x	1	x	10
Dentin + AB Act. + AB Pri + AB Ade + Komp.	x	20	-	-	-	-
5. Optibond (O.B)						
Dentin + OB primere	-	-	x	1	x	10
Dentin + OB primer + OB Adeziv	-	-	x	1	x	10
Dentin + OB primer + OB Adeziv + Kompozit	x	20	-	-	-	-

N = Örnek sayısı

x - Deneyin yapıldığını gösterir

- Deneyin yapılmadığını gösterir

BULGULAR

Bu çalışmada yürütülen deneylerden aşağıdaki bulgular elde edildi.

Dört dentin adeziv sistemin makaslama tipi kuvvetlere karşı dentine bağlanma dayanıklılığı (Shear Bond Strength)

Tablo (11)'de bağlanmadan 7 gün sonra örneklerin "shear bond strength"leri izlenmektedir.

Tablo (11) Dört Dentin Adeziv Sistemin Dentine Shear Bond Strength Değeri.

Adeziv sistem	shear bond strength.		(MPa) min-max
	Ortalama	S.D.	
Scotchbond 2	7.9 MPa	2.4	5.2-12.1
Denthesive II	14.8 MPa	4.3	7.3-20.5
Amalgambond	15.8 MPa	3.7	8.6-22.3
Optibond	15.4 MPa	3.5	8.3-21.4

Her grup için örnek sayısı (N) = 20

Ortalamaların istatistiksel olarak önemli derecede farklı olduğu ($p = 0.015 < 0.05$) varyans analizi (ANOVA) ile doğrulandı. Daha sonra farklı grubu ayırmak için "Newman-Keuls çoklu karşılaştırma" testi uygulandı. Sonuçta Denthesive II, Amalgambond ve Optibond arasında shear bond strength'i bakımından fark görülmezken ($P > 0.05$) Scotchbond 2 ile diğer üç adeziv sistem arasındaki fark istatistiksel olarak önemli bulundu ($p < 0.05$).

Sekiz deney sıvısının yüzey gerilim değerleri:

Tablo (12)'de çalışmada kullanılan sekiz deney sıvısının yüzey gerilimleri ve literatürde bildirilmiş referans değerleri görülmektedir.

Tablo (12) Deney Sıvılarının Yüzey Gerilimleri

Sıvı	Yüzey gerilimi (γ_{LV}) ¹⁾		
	Ölçülen değer	S.D.	Referans Değeri ²⁾
Distile su	71.98 dyn/cm	0.52	72.4
Gliserol	65.30	0.34	63.7
Thiodiethanol	53.65	0.52	53.5
Methyleniodide	49.26	0.73	51.7
α -Bromonapthalene	43.63	0.27	44.6
β -Methylnapthalene	40.55	0.53	39.0
Dicyclohexyl	32.53	0.38	32.7
n-Decane	24.25	0.12	23.9

Açıklama: 1) Dyn/cm olarak on ölçümün ortalaması (n = 10)

2) Baier (1975)'den alınmıştır [8]

Aşındırılmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi (γ_c)

Deney sıvılarının aşındırılmış dentin yüzeyi üzerindeki değme açısı değerleri Tablo (13)'de görülmektedir.

Deney sıvılarının yüzey gerilim değerleri, dentin yüzeyi üzerinde yaptıkları değme açılarının kosinüsleri ile grafiğe yerleştirildiğinde Grafik 1'de görüldüğü gibi, bir tarafta polar deney sıvıları (Thiodiethanol, Gliserol) arasında, diğer tarafta ise non-polar deney sıvıları (α -Bromonaftalin, Metileniyodid) arasında doğrusal ilişki görüldü. Distile suyun aşındırılmış dentin yüzeyinde oluşturduğu açının kosinüsüne (0.9063) karşı suyun yüzey geriliminin ($\gamma_c = 71.98$ dyn/cm) kesişim noktası grafikte polar ve non-polar

deney sıvılarının oluşturduğu doğruların çok dışında yer aldığından hesaplamalarda kullanılmadı.

Tablo (13). Deney Sıvılarının Aşındırılmış Dentin Yüzeyinde Oluşturdukları Değme Açısı.

Sıvı	Değme açısı (θ) (ortalama)	S.D.	cos θ
Distile su	25.7°	5.3	0.9010
Gliserol	37.4°	4.8	0.7944
Thiodiethanol	22.5°	6.8	0.9238
Methyleniodide	33.4°	4.7	0.8348
α -Bromonapthalene	15.2°	3.2	0.9650
β -Methylnapthalene	0°	-	1.000
Dicyclohexyl	0°	-	1.000
n-Decane	0°	-	1.000

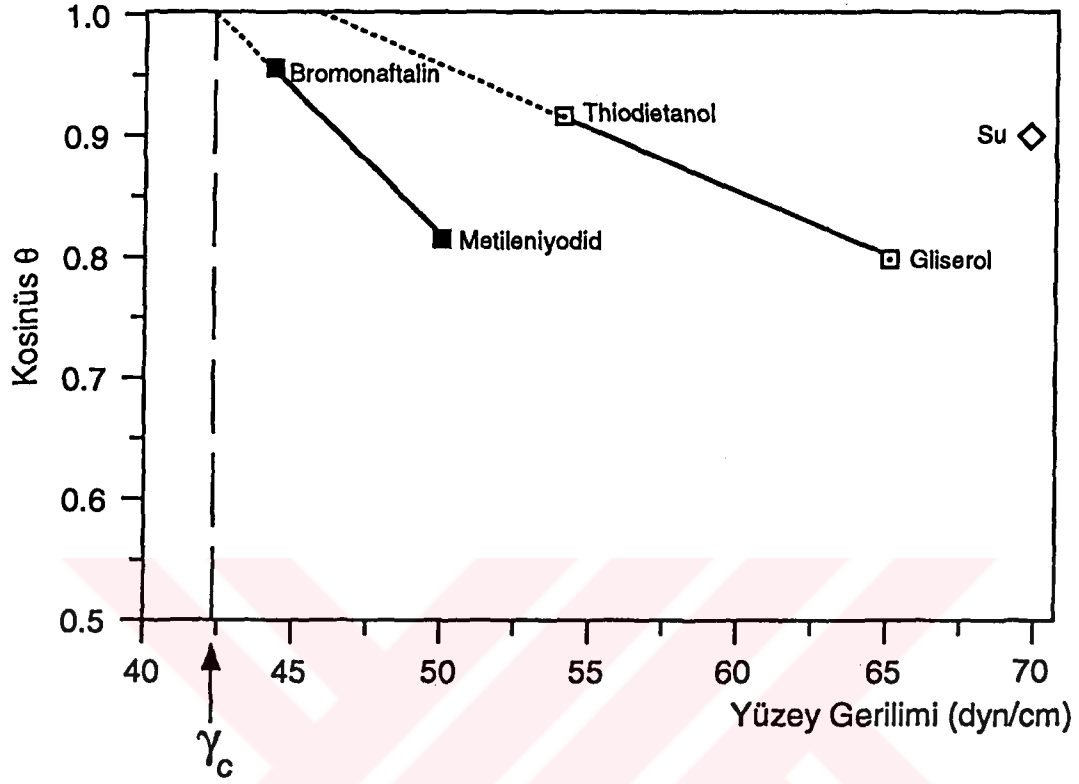
Her grupta N = 10'dur.

Dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimi, non-polar test sıvılarının (Metileniyodid ve α -Bromonaftalin) dentin üzerinde yaptıkları değme açılarının kosinüslerine karşı, yüzey gerilimlerinin grafikte oluşturduğu noktaların regresyon analizi sonucu regresyon formülünden; doğrunu eğimi (slope) - 0.0234 ve doğrunun y eksenini (cos θ eksenini) ni kestiği nokta (intercept) 1.9864 olarak yerine koyulduğunda

$$\cos \theta = 1.9864 - 0.0234 \cdot (\gamma_L V)$$

$$1 = 1.9864 - 0.0234 \cdot (\gamma_c)$$

$$\gamma_c = 42.15 \text{ dyn/cm olarak hesaplandı.}$$

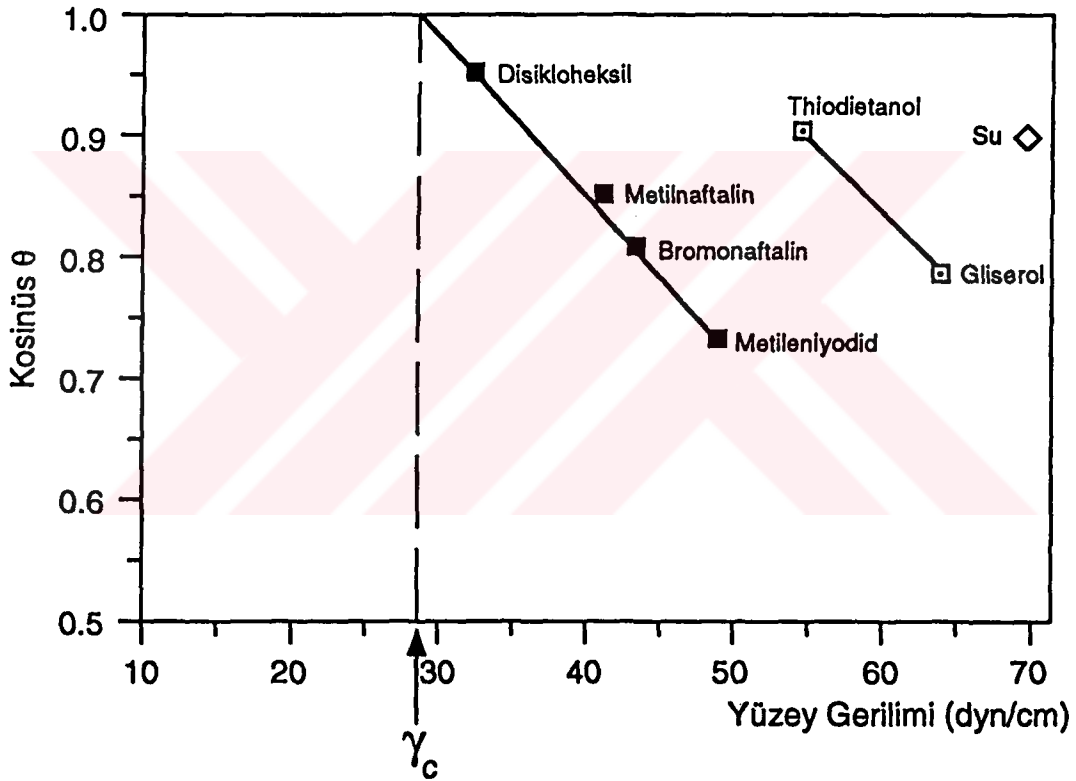


Grafik 1. Aşındırılmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi.
($\gamma_c = 42.15$ dyn/cm)

Burada dentinin kritik yüzey gerilimi sadece iki non-polar deney sıvısının grafikte oluşturdukları doğrudan yararlanılarak hesaplandı. Thiodiethanol ve gliserol'ün oluşturduğu diğer doğru daha büyük bir γ_c değeri verdi. Fakat bu yüzeyin gerçek γ_c değeri olamazdı. Çünkü kullanılan diğer non-polar sıvılardan α -Bromonaftalin yüzeyde açı oluşturduğuna göre γ_c 43.63 dyn/cm'den daha küçük, β -metilnaftalin yüzeyde tamamen yayıldığına göre de 40.55 dyn/cm'den daha büyük olmalıydı. Bu nedenle bu değerler arasındaki bir γ_c değeri yüzeyin gerçek γ_c değeri olabilirdi. Sonuçta hesaplamada polar sıvılar dikkate alınmadı.

Dört Dentin Adeziv Sistemin farklı uygulama basamakları sonrası dentinin ıslanma kritik yüzey gerilim değerleri:

Dört dentin adeziv sisteminin farklı uygulama basamakları sonrası dentinin γ_c değerleri hesaplandı. Grafik 2 Amalgambond sisteminin asidik dentin temizleyicisi olan "Activator" uygulanmış dentinin γ_c değerini göstermektedir. Regresyon denkleminde $\gamma_c = 28.4$ dyn/cm olarak hesaplanmıştır. Grafikte regresyon doğrusunun eğimi - 0.0138 ve y eksenini kestiği nokta 1.393'dür.

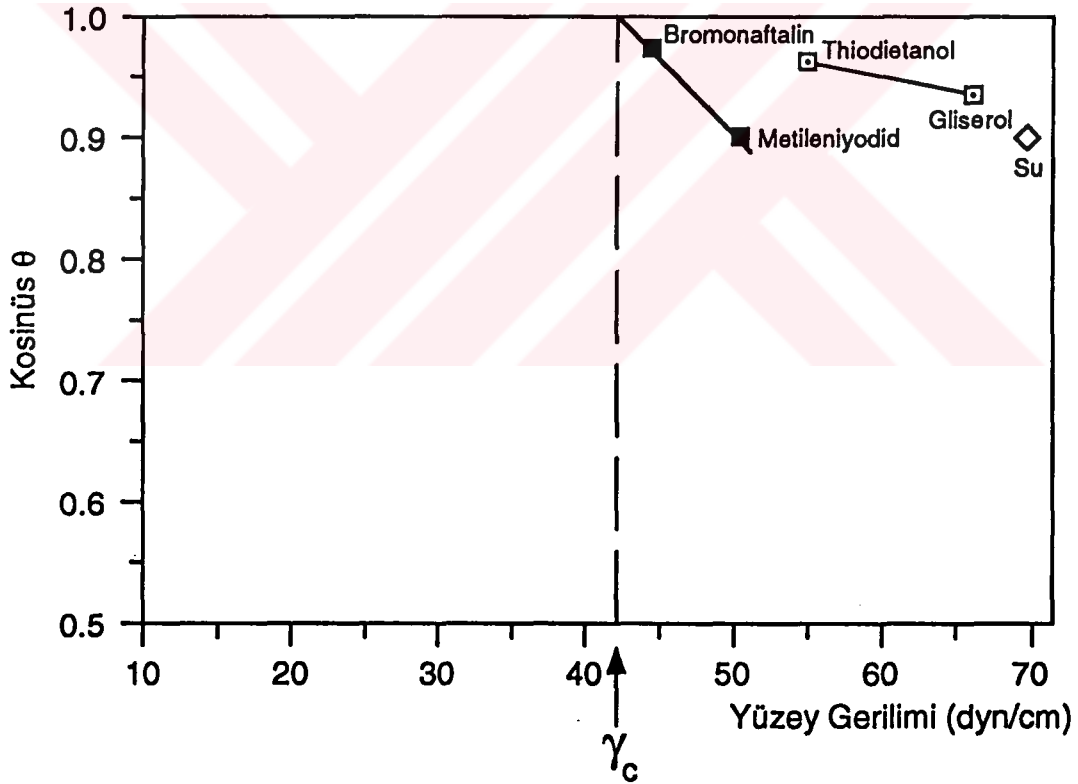


Grafik 2. Amalgambond Activator uygulanmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ($\gamma_c = 28.4$ dyn/cm)

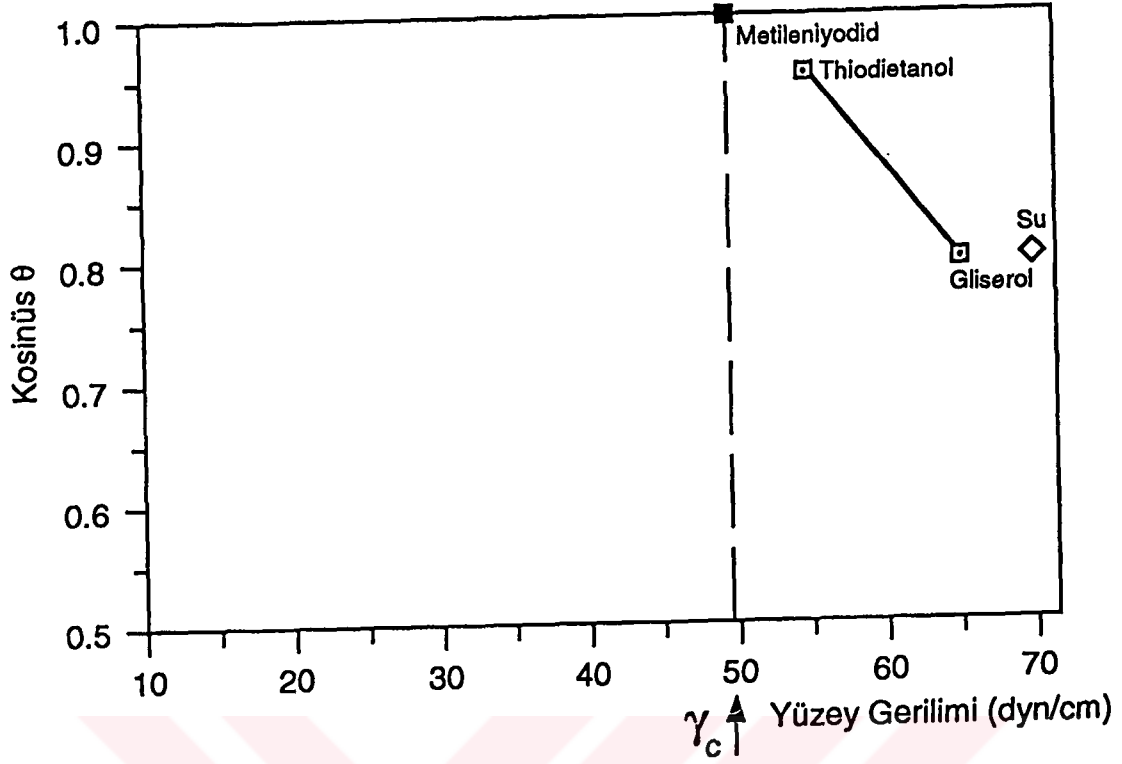
Daha önceden Amalgambond "Activator" uygulanmış dentine, Amalgambond primeri "Adhesive Agent" sürüldükten sonra dentinin γ_c değeri 42.26 dyn/cm olarak hesaplandı. Doğrunun eğimi - 0.00375 ve y eksenini kestiği nokta 1.1585'dir (Grafik 3).

Amalgambond "aktivatör" ve "Adhesive Agent" uygulanmış dentin yüzeyine Amalgambond sisteminin son uygulama basamağı olan adeziv (3A + 3B) uygulandıktan sonra dentinin γ_c değeri = 49.26 dyn/cm olarak saptandı (Grafik 4).

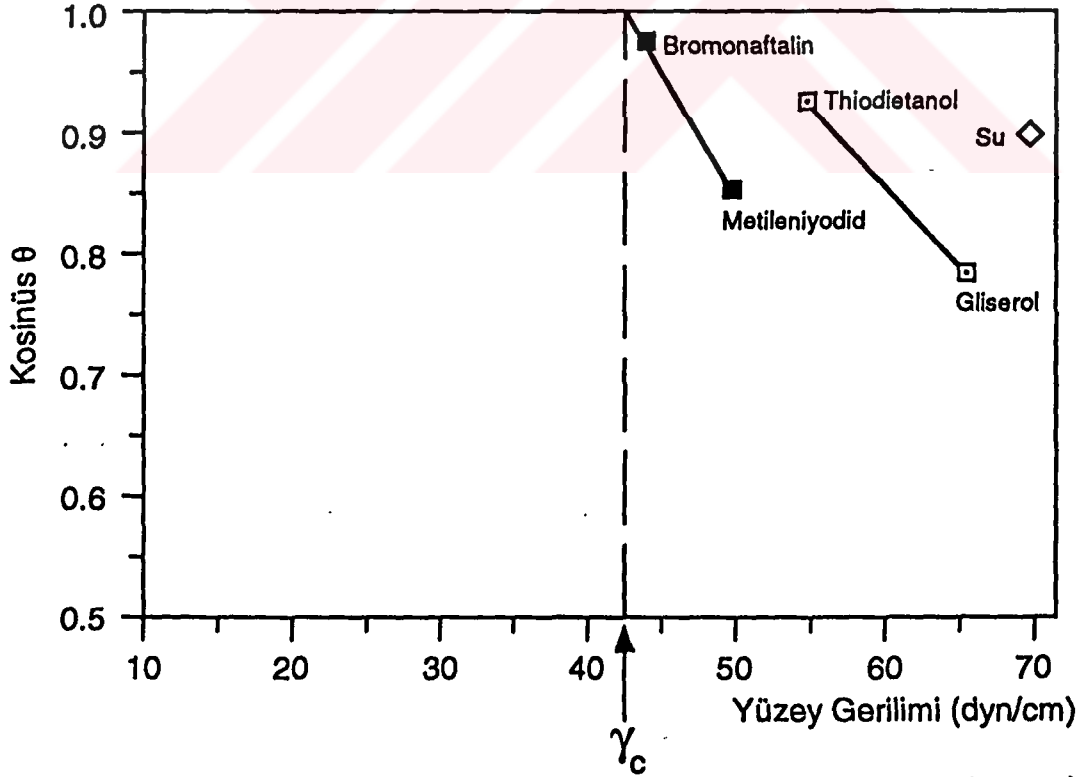
Denthesive II primer (A+B) uygulanmış dentin yüzeyinin γ_c değeri 42.53 dyn/cm olarak hesaplandı (Grafik 5). Grafikte regresyon doğrusunun eğimi - 0.00312 ve y eksenini kestiği nokta 1.1327'dir.



Grafik 3. Amalgambond primer (Adhesive Agent) uygulanmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ($\gamma_c = 42.26$ dyn/cm)



Grafik 4. Amalgambond "activator", primer ve adeziv uygulanmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ($\gamma_c = 49.26$ dyn/cm)

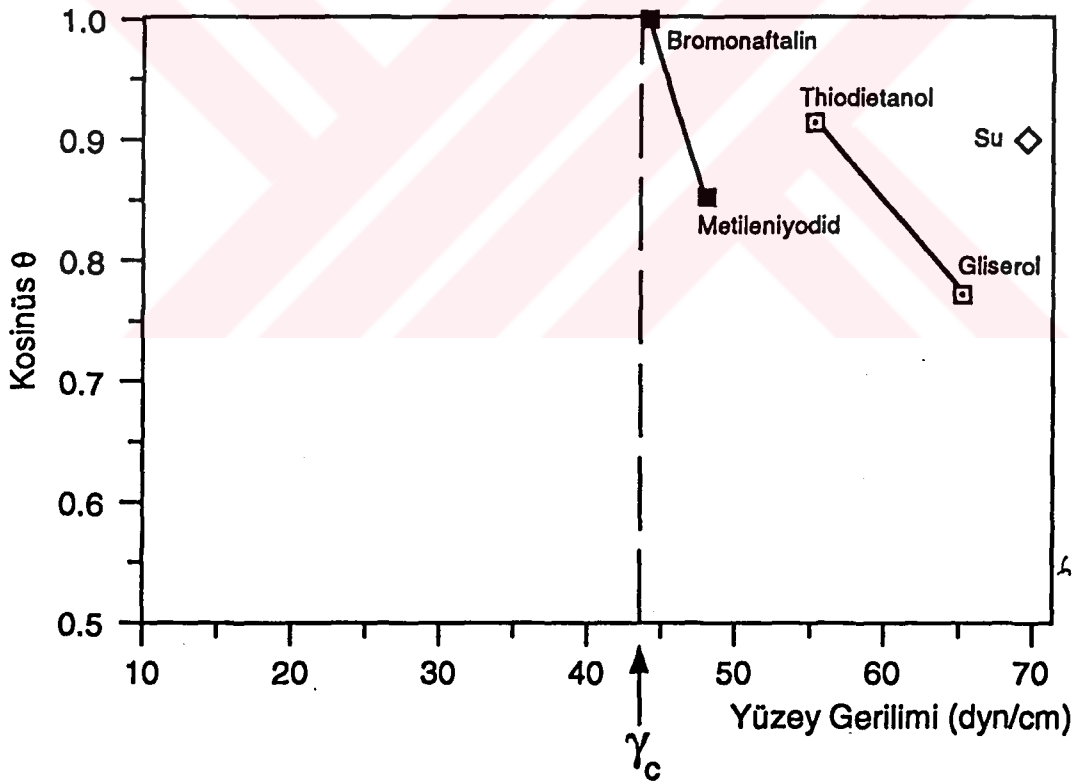


Grafik 5. Denthesive II primer uygulanmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ($\gamma_c = 42.53$ dyn/cm)

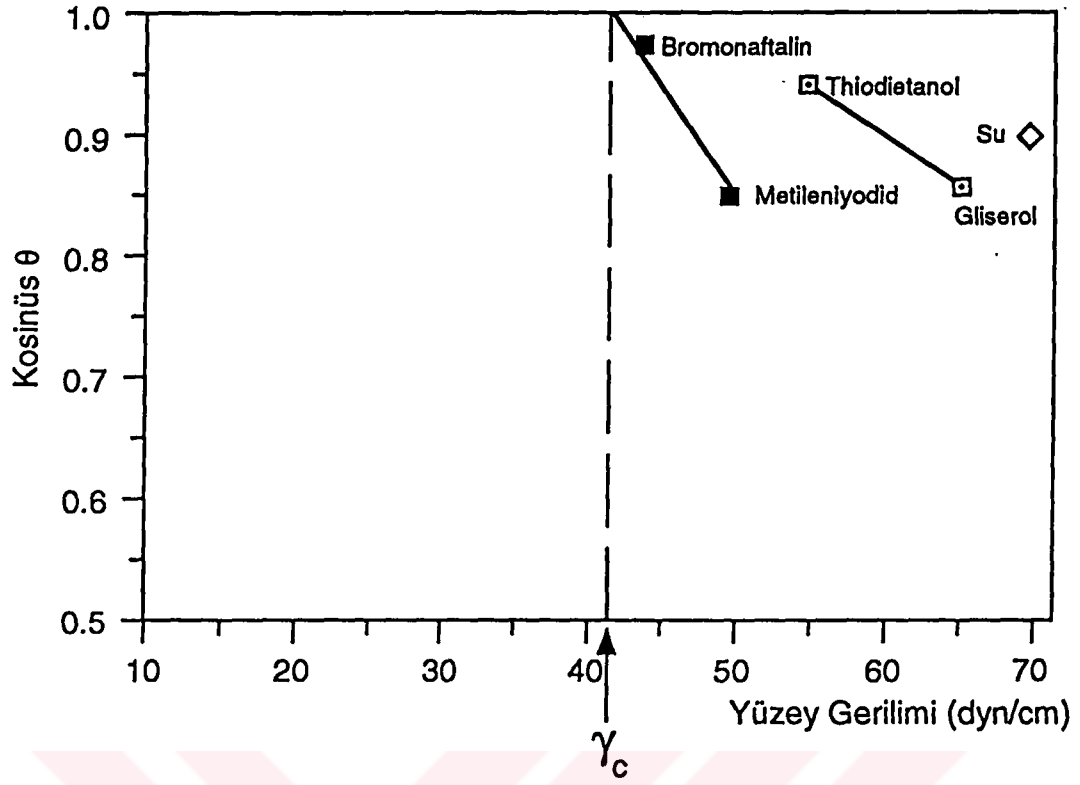
Denthesive II primer uygulanmış dentin yüzeyine Adhesive Bond II sürüldükten sonra dentinin γ_c değeri 43.63 dyn/cm olarak saptandı (Grafik 6).

Scotchprep: dentin primer uygulandıktan sonra dentin yüzeyinin γ_c değeri 41.28 dyn/cm olarak hesaplandı. Burada doğrunun eğimi - 0.0274 ve y eksenini kestiği nokta 2.0563'dür (Grafik 7).

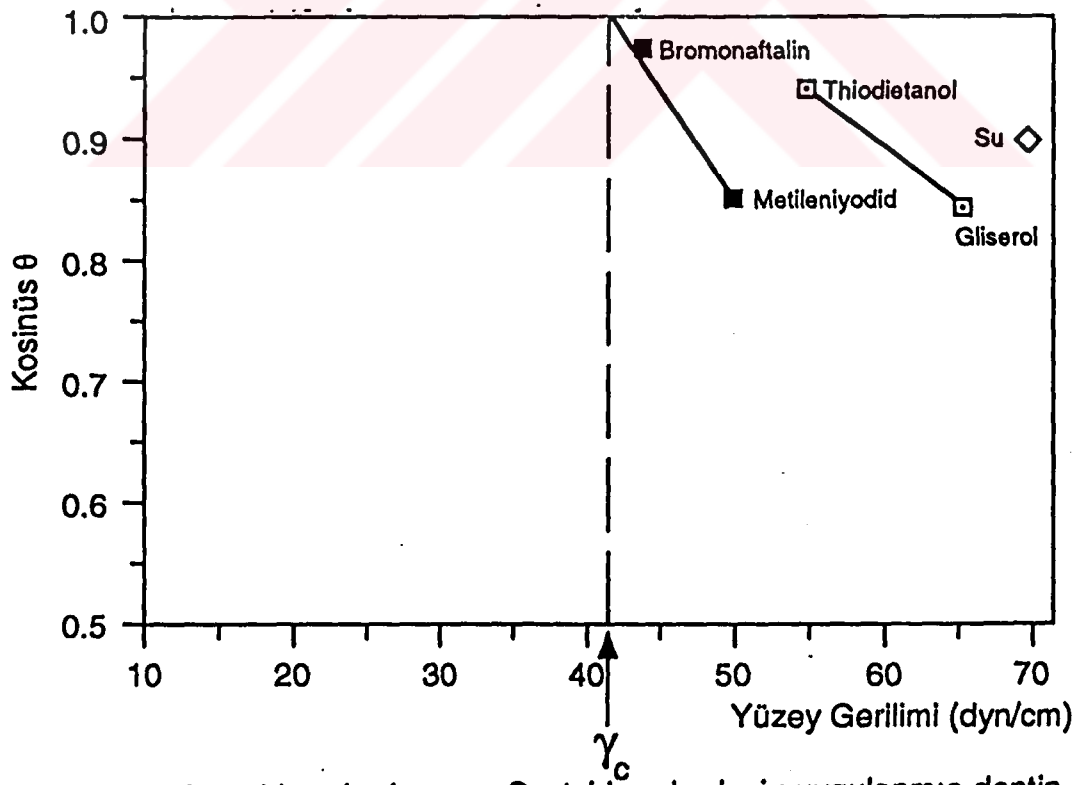
Scotchprep dentin primer uygulanmış dentine Scotchbond adeziv uygulandıktan sonra dentinin γ_c değeri 41.32 dyn/cm olarak saptandı. Doğrunun eğimi - 0.0281 ve y eksenini kestiği nokta 2.1776'dır (Grafik 8).



Grafik 6. Denthesive II primer ve Denthesive II adeziv uygulanmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ($\gamma_c = 43.63$ dyn/cm)



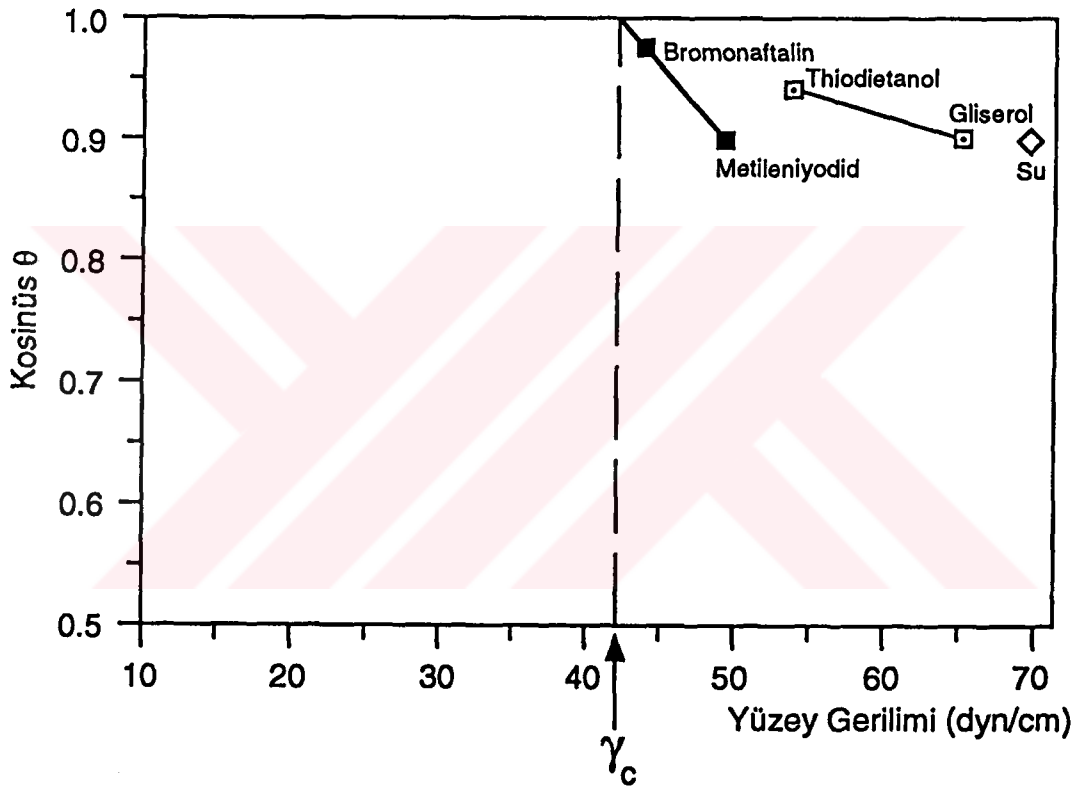
Grafik 7. Scotchbond primer uygulanmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ($\gamma_c = 41.28$ dyn/cm)



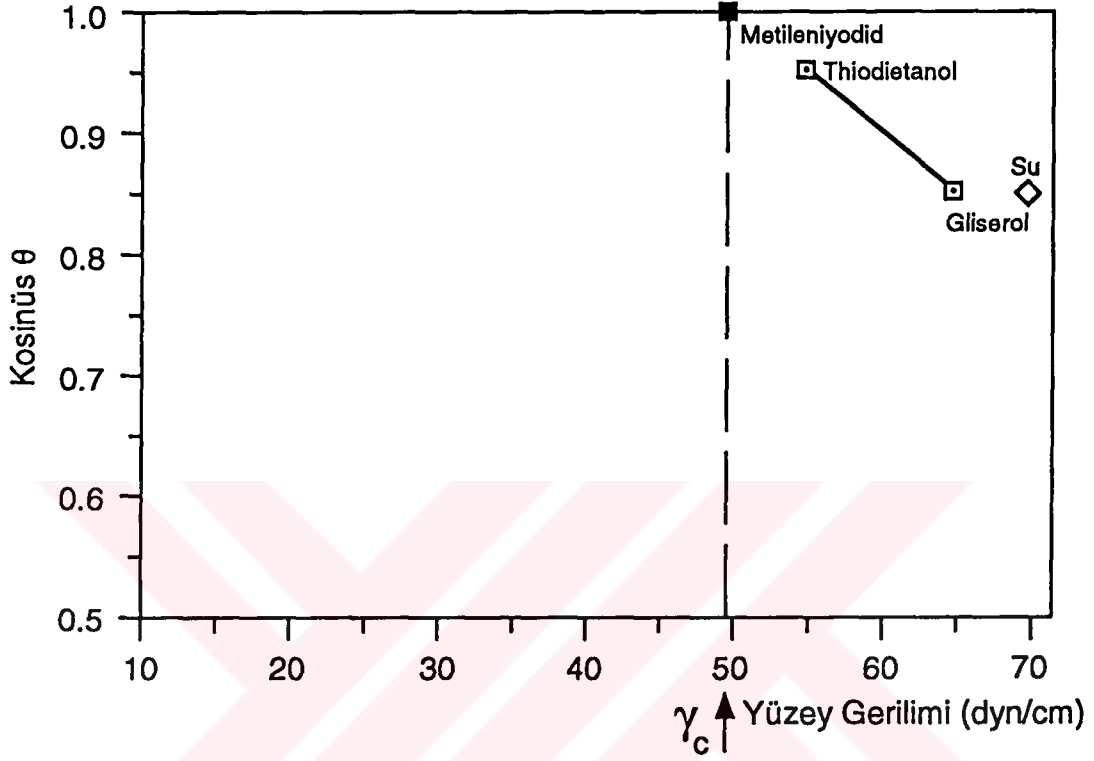
Grafik 8. Scotchbond primer ve Scotchbond adeziv uygulanmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ($\gamma_c = 41.32$ dyn/cm)

Optibond primer uygulanmış dentinin γ_c değeri 42.23 dyn/cm olarak hesaplandı. Doğrunun eğimi - 0.0068 ve y eksenini kestiği nokta 1.247'dir (Grafik 9).

Optibond primer uygulanmış dentine optibond adeziv sürüldükten sonra dentinin γ_c değeri 49.26 dyn/cm olarak saptandı (Grafik 10).



Grafik 9. Optibond primer uygulanmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ($\gamma_c = 42.23$ dyn/cm)



Grafik 10. Optibond primer ve adeziv uygulanmış dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ($\gamma_c = 49.26$ dyn/cm).

Amalgambond Adeziv ve Optibond Adeziv uygulandıktan sonra dentinin γ_c değeri grafikte tek bir nokta esas alınarak hesaplandı. Çünkü kullanılan test sıvısı metileniyodid ($\gamma_{LV} : 49.26$) yüzeyde tamamen yayılma gösterdi. Aynı şekilde Denthesive II Adeziv uygulanmış yüzeyde α -Bromonaftalin ($\gamma_{LV} : 43.63$) tamamen yayıldı.

Aşındırılmış dentinin ve dört değişik adeziv sistemin her bir uygulama basamağından sonra dentinin ıslanma kritik yüzey gerilim değerleri Tablo (14)'de izlenmektedir.

Tablo (14) Aşındırılmış Dentin ve Dört Adeziv Sistemin Herbir Uygulama Basamağından Sonra Dentinin İslanma Kritik Yüzey Gerilim Değerleri.

Adeziv Sistem	Dentin Temizleyici	Dentin Primer	Dentin Adeziv
Scotchbond 2	-	41.28 dyn/cm	41.32 dyn/cm
Denthesive II	-	42.53 dyn/cm	43.63 dyn/cm
Amalgambond	28.4 dyn/cm	42.26 dyn/cm	49.26 dyn/cm
Optibond	-	42.23 dyn/cm	49.26 dyn/cm
Aşındırılmış Dentin	-	-	42.15 dyn/cm

Çeşitli yüzey uygulamalarından soran dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ve dört değişik adeziv sistemin dentine shear bond strength'i arasındaki korelasyon

İlk önce primer uygulanmış dentin yüzeylerinin ıslanma kritik yüzey gerilim değerleri ile shear bond strength'leri arasındaki korelasyon araştırıldı. Primer uygulama basamağı ile shear bond strength arasındaki korelasyonun regresyon analizi sonucu Pearson korelasyon katsayısı 0.2200 ve p değeri 0.3128 olarak hesaplandı. Bu sonuç çalışmada yer alan dört dentin adeziv sistemin primerlerinin uygulandığı dentin yüzeylerinin γ_c değerleri ve bu sistemlerin shear bond strength'leri arasında istatistiksel olarak önemli bir korelasyon olmadığını gösterdi.

İkinci aşamada çalışmada yer alan dört adezivin dentin yüzeyine uygulandıktan sonra dentinin γ_c değerleri ile shear bond strength'leri arasındaki korelasyon istatistiksel analiz ile araştırıldı. Bu korelasyon Grafik 11'de, regresyon varyans analizi ise Tablo (15)'de izlenmektedir.

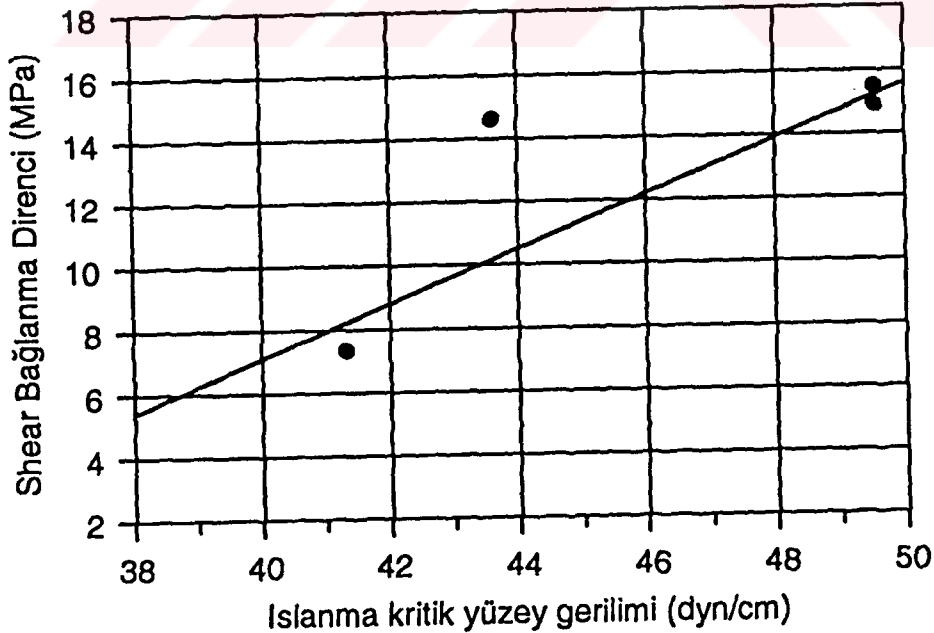
Tablo (15) Dentin adezivler uygulanmış dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimi ve shear bond strength'leri arasındaki regresyon varyans analiz tablosu.

	Kareler Toplamı	DF	Kareler Ortalaması	F-oranı	P değeri
Regresyon	31.2450	1	31.2450	17.2001	0.0158
Fark	7.2890	4	1.8987		

Regresyon denkliği için pearson korelasyon katsayısı 0.8992 ve p değeri 0.0158 olarak hesaplandı. Buna göre regresyon denkliği şu şekilde yazılabilir.

$$\text{Shear Bond Strength} = (-15.9270) + 0.761034 \gamma_c$$

Bu denklik, çalışmada kullanılan dentin adezivler uygulanmış dentin yüzeyinin γ_c değeri ile, dentin ve bu sözü edilen dentin adezivler arasındaki shear bond strength değerleri arasında doğrudan bir ilişki olduğunu göstermektedir.



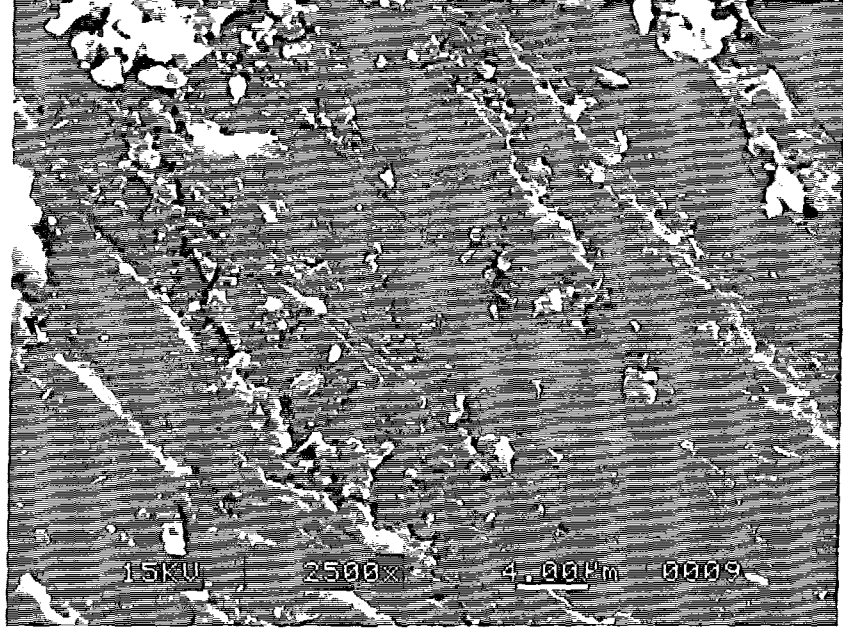
Grafik 11. Dört değişik adeziv uygulanmış dentinin γ_c değerleri ve shear bond strength'leri arasındaki korelasyon.

SEM İncelemeleri

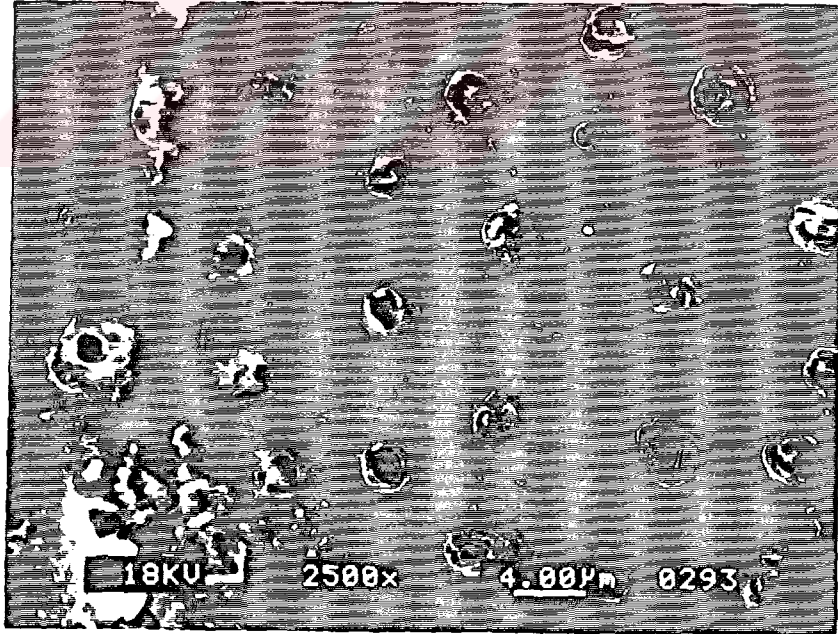
Aşındırılmış dentin yüzeyi ve dört değişik dentin adezivin uygulama basamaklarının dentin üzerinde oluşturduğu değişiklikler SEM fotoğrafları ile saptandı. Tüm fotoğraflar ikibinbeşyüz büyütmede değerlendirildi.

Sırasıyla 180 - 240 - 400 ve 600 gritlik silikon karbit ile aşındırılmış dentin yüzeyinin SEM fotoğrafı Resim 7'de yer almaktadır. Dentin yüzeyinin smear tabakası ile tamamen kaplı olduğu ve tübüllerin tıkalı olduğu görülmektedir. Silikon karbit abraziv kağıdın aşındırma etkisi, boyuna çizgiler olarak izlenmektedir.

Resim 8'de 60 sn süreyle Scotchprep dentin primer uygulanmış dentin yüzeyi görülmektedir. Smear tabakası bir dereceye kadar uzaklaştırılmıştır. Dentin tübülleri kısmen açıktır. Tübüllerin çoğunun ağız kısımlarında smear tıkaçları izlenmektedir.



Resim 7. Smear tabakası ile kaplı aşındırılmış dentin yüzeyinin SEM fotoğrafı (x 2500).



Resim 8. Scotchprep dentin primer uygulanmış dentin yüzeyinin SEM görüntüsü (x 2500). Smear tabakası kısmen kalkmış. Tübüllerde smear tıkaçları izlenmekte.

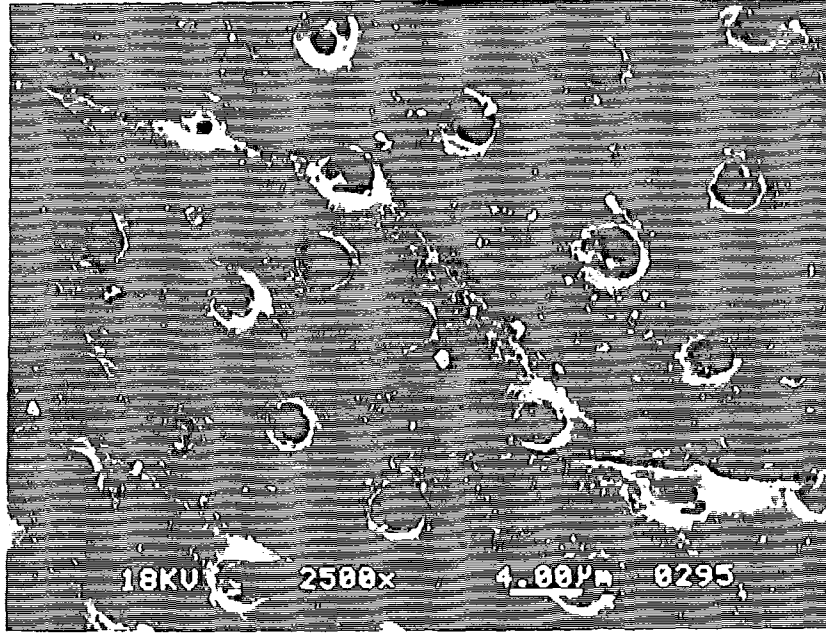
Resim 9'da Denthesive II primer uygulanmış dentin yüzeyinde smear tabakasının büyük ölçüde uzaklaşmış olduğu görülmektedir. İntertübüler dentin bölgesinde az miktarda smear kalıntıları izlenmektedir. Tübüllerin bir kısmı tamamen açıkken diğerleri smear tıkaçları ile kısmen örtülüdür.

Resim 10'da Amalgambond Activator uygulanmış dentin yüzeyinde smear tabakasının tamamen uzaklaşmış olduğu ve tübüllerin tamamen açılmış olduğu görülmektedir.

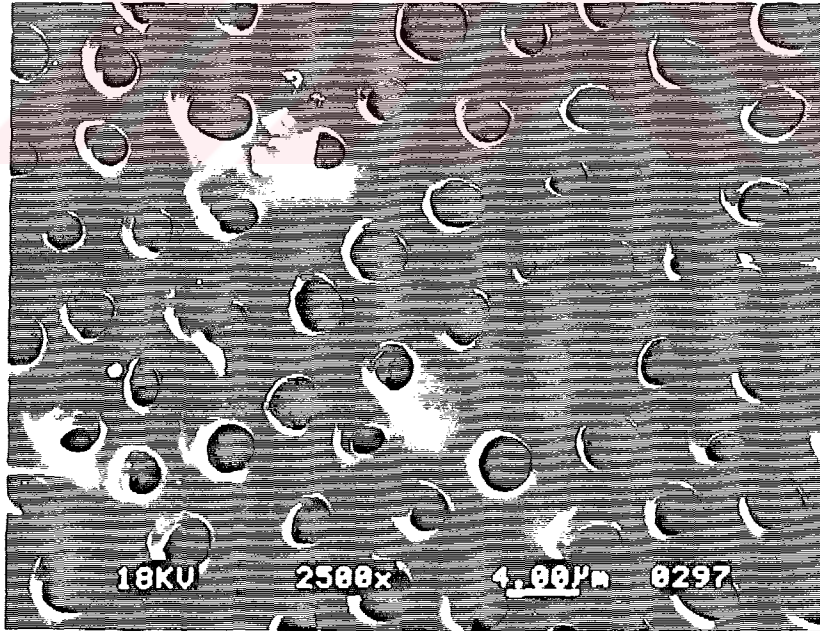
Resim 11'de Amalgambond activator uygulanmış dentine Amalgambond primer (Adhesive Agent) sürüldükten sonra elde edilen görüntü izlenmektedir. Yüzey Resim (10)'a benzer bir görünümde dir. İntertübüler bölge mikroboşluklu bir yapı göstermektedir.

Resim 12'de Optibond primer uygulanmış dentin yüzeyi izlenmektedir. Smear tabakası büyük ölçüde uzaklaşmıştır. Dentin tübül ağzı dar açıklıklar göstermektedir.

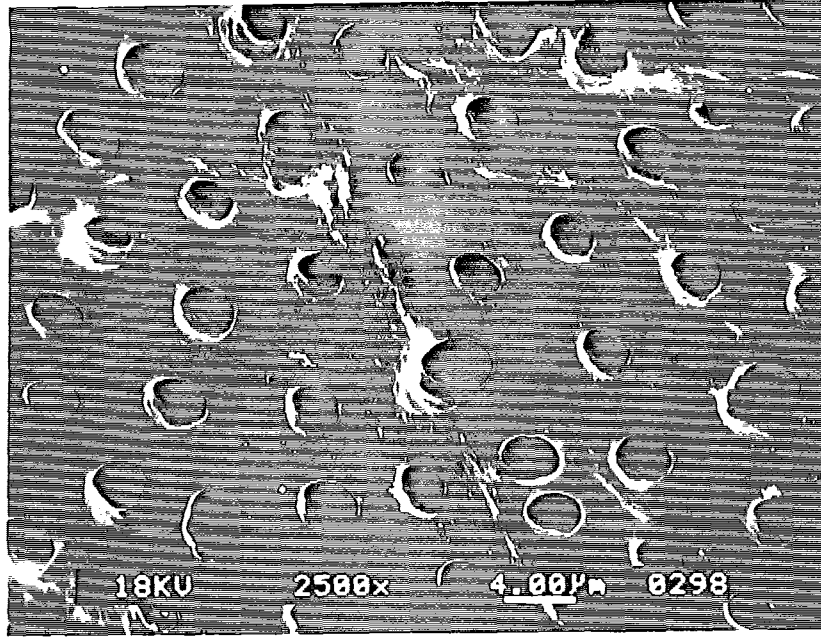
Amalgambond ve Scotchbond 2 sistemlerinde primerden sonra yüzeye uygulanan adeziv, doldurucu parçacık içermeyen saydam bir madde olduğu için SEM incelemesinde belirgin bir görüntü vermedi. Dentinin tübüler yapısı kaybolmuştu. Buna karşın Denthesive II ve Optibond sistemlerinde adezivler inorganik doldurucu parçacıkları içerdiklerinden SEM'de nispeten opasiteler içeren amorf bir görüntü verdiler. Alttaki dentin yapısı tamamen kaybolmuştu. Resim 13'de Denthesive II adeziv uygulanmış dentin yüzeyinin görüntüsü izlenmektedir.



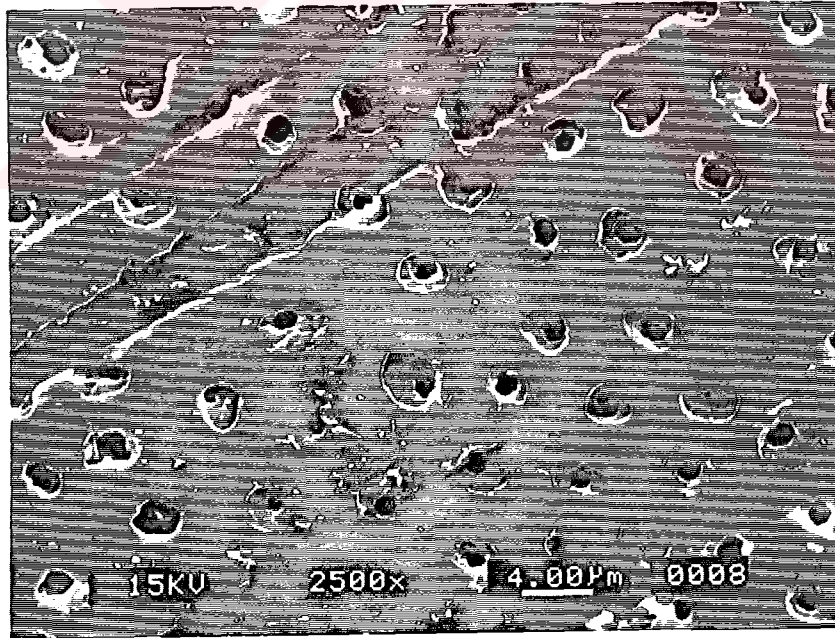
Resim 9. Denthesive II primer uygulanmış dentin yüzeyinin SEM görüntüsü (x 2500). Tübül ağızları büyük oranda açılmış. Kısım tübüllerde smear tıkaçları görülmekte. İntertübüler bölgede yer yer smear artıkları izlenmekte.



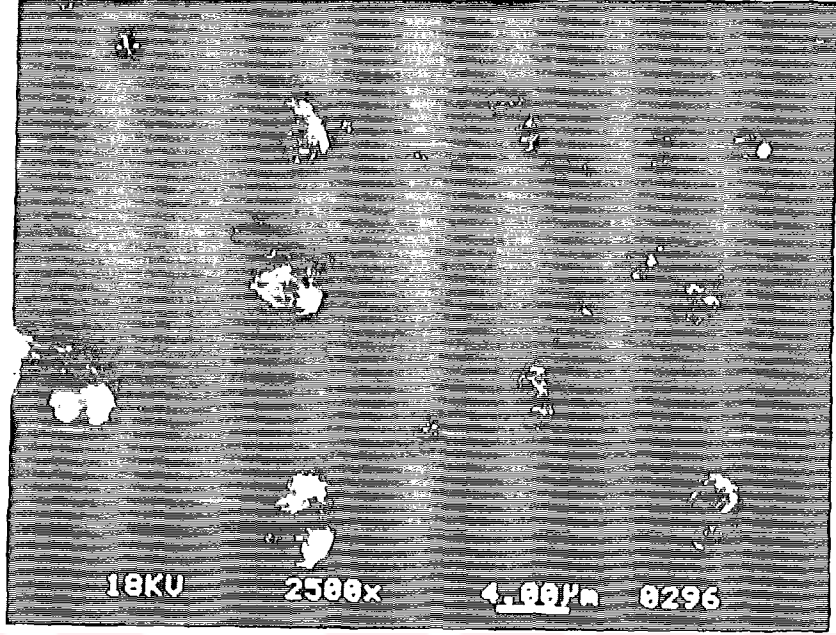
Resim 10. Amalgambond Activator uygulanmış dentin yüzeyinin SEM görüntüsü (x 2500). Smear tabakası tamamen uzaklaşmış, dentin tübülleri tamamen açılmış.



Resim 11. Amalgambond Activator ve primer uygulandıktan sonra dentin yüzeyinin SEM görüntüsü (x 2500).



Resim 12. Optibond primer uygulanmış dentin yüzeyinin SEM görüntüsü (x 2500). Smear tabakası büyük ölçüde uzaklaşmış, Dentin tübül ağzlarında dar açıklıklar izlenmekte. Tübüllerde smear tıkaçlarının artıkları görülmekte. Yüzeydeki çizgiler aşındırıcı kağıdın izleridir.



Resim 13. Denthesive II Adeziv uygulanmış dentin yüzeyinin SEM görüntüsü (x 2500). Yer yer opasiteler içeren amorf bir görüntü izlenmekte. Alttaki dentinin tübüler yapısı tamamen kaybolmuş.

TARTIŞMA

Dentinin ıslanabilirliğinin incelenmesinde ve bağlanma dayanıklılığı (bond strength) testlerinde genellikle insan üçüncü azı dişleri kullanılır. İnsan dişlerinin elde edilmesinin güçlüğü ve enfeksiyon etkenleri taşıma riski nedeniyle sığır dişleri bir başka seçenek olarak düşünülmüştür. Fakat sığır dentininin kimyasal ve morfolojik yapısı insan dentini ile eşdeğer değildir [91,66].

Dentine bağlanma dayanıklılığı, dentinin niteliği, dişin tipi, yaşı, boyutu, tübül açıklıklarının sayısı ve mineralizasyon derecesi ile ilgilidir [91].Sürmüş üçüncü azı dişleri nispeten değişime uğramamış dentin yapısına sahiptir. Biz de dentin örneklerinde standardı yakalamak için çekilmiş yirmi yaş dişlerini kullandık.

Kullanılacak dentin yüzeyinin diş üzerindeki konumu da önem taşır. Çalışmalarda en fazla okluzal yüzeyler kullanılmıştır [25,66].

Dentinin derinliği bağlanma dayanıklılığı üzerinde etkilidir. Pulpaya yakın, derin dentin yüzeylerinde bağlanma direnci azdır. Mine-dentin sınırının hemen altından geçen kesit bağlanma testi ve ıslanabilirlik çalışmalarında en uygun bölgedir [66].

Deneysel çalışmalarda kullanılacak dentin yüzeylerinin pürüzlülük derecelerini standart hale getirmek için çeşitli aşındırıcılar kullanılır. En fazla silikon karbit kağıt abrazyon tercih edilmiştir [11, 20, 29, 63]. Bu aşındırıcıların en son uygulanan inceliğinin numarası olarak ise 600 seçilmiştir [11,20,63].

Dişlerin çekiminden sonra saklanma süresinin dentine bağlanma dayanıklılığı üzerinde etkisi olmadığını gösteren pek çok çalışma yapılmıştır [36,72,51].

Çekim sonrası yaklaşık 6 aylık bir saklama süresi tüm araştırmalarda benzerlik göstermektedir [66].

Çekimden sonra dişlerin içinde tutulduğu saklama solüsyonlarının dentine bağlanma değeri üzerinde etkili olduğunu gösteren çalışmalar vardır [66]. Bir çalışmada formalin, etanol, distile su, distile su/timol solüsyonlarının bağlanma direnci üzerinde etkili olmadığı fakat salinin dentin yapısında değişiklikler oluşturarak bağlanma dayanıklılığını arttırdığı gösterilmiştir [36].

Dentin yüzeylerinin aşındırılarak hazırlanmasından sonra dentin adeziv sistemlerinin uygulanmasına kadar geçen sürenin önemli olduğu ileri sürülmüştür. Bu nedenle klinik çalışmada olduğu gibi yüzey hazırlanmasından hemen sonra adeziv ajanın uygulanması gerekir [87]. Biz de çalışmamızda bu uygulamayı tercih ettik. Uluslararası standart organizasyonunun raporunda bağlanma diayanıklılığını saptamak amacıyla hazırlanan kompozit bağlı dentin örneklerinin test öncesi kısa süre veya uzun süre bekletilebileceği belirtilmiştir. Hirasawa [38] örneklerin en az 24 saat bekletilmesinin kompozitin polimerizasyon büzülmesi ve su dengesinin tamamlanması için gerekli olduğunu bildirmiştir. Bekleme solüsyonu olarak 37°C'de distile su kullanılması önerilmiştir. Kısa süre bekleme 24 saat uzun süre ise 6 aydır [91].

Kompozit restoratif maddelerin dentin adezivler yardımıyla dentine bağlanma dayanıklılıklarını ölçmede, shear (kesme) testi, tensile (çekme) testine tercih edilir. Shear testi için örnek hazırlamak ve ölçüm düzeneğini oluşturmak daha kolaydır. Ayrıca yükün uygulama yönündeki farklılıkların değerler üzerinde çok ufak etkisi vardır. Kopma, ucun normal kesme yükünü verdiği bölgede başlar. Oysa tensile testte ilk önce en zayıf nokta kopar. Ayrıca dentin

yüzeyine dik bir çekme yükü uygulamak güçtür [85]. Fowler ve arkadaşları [31] bir çalışmada tensile ve shear bağlanma testleri sonuçları arasında önemli bir farklılık olmadığını fakat shear test sonucunda adeziv kopmaların daha fazla olduğunu ve daha doğru sonuç verdiğini bildirilmişlerdir. Bu bilgilerden yola çıkarak biz de çalışmamızda shear testi kullandık.

Dentin adezivlerin klinik testleri en güvenilir yöntem olmakla birlikte laboratuvar testleri hala büyük bir değer taşımaktadır. Klinik çalışmalar çok daha masraflı ve zaman alıcıdır. Özellikle deneysel adezivlerin gelişme süreci içinde etkinliklerinin in vitro olarak incelenmesi akılcı bir yaklaşımdır. Her yıl birçok yeni adeziv kullanıma sunulmaktadır ve laboratuvar testleri bunların etkinliklerinin göstergesi olmaktadır. Aynı zamanda bu adeziv ajanların formülleri sıklıkla değişmektedir. Klinik denemeler 1 ile 3 yıl gibi uzun süre aldığından klinik araştırmalar henüz tamamlanmadan ürünün içeriği firma tarafından değiştirilebilmektedir. Bu nedenlerden dolayı deneysel ve ticari dentin adeziv sistemlerin laboratuvar testleri, etkinliklerini değerlendirmede önemli bir yer tutar [10].

Bu çalışmamızda Scotchbond 2 sisteminin dentine bağlanma dayanıklılığı diğer üç adeziv sistemden istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu. Scotchbond 2 için elde edilen 7.9 MPa değeri literatürdeki diğer çalışmalar ile tutarlıdır [10,77].

Carlton [20], Optibond için 16.4 MPa'lık shear bond strength saptamıştır. Perdigao [63], normal dentine Amalgambond'un shear bond strength'ini 19.5 MPa olarak belirlerken, Triolo [77] 17.6 MPa'lık değer belirlemiştir. Bizim elde ettiğimiz Amalgambond shear bond strength'i (15.8 MPa) ve

Optibond shear bond strength'i (15.4 MPa) yukarıda bildirilen literatür değerleri ile benzerlik göstermektedir.

Denthesive (Kulzer)'in yeni geliştirilen türü olan ve dördüncü kuşak dentin adezivler içinde değerlendirebileceğimiz Denthesive II ile ilgili shear bond strength değerlerine literatürde rastlanamadı.

Genel bilgiler bölümünde belirtildiği gibi Scotchbond 2 üçüncü kuşak dentin adezivler içinde yer alırken, diğer üç adeziv sistem dördüncü kuşak olarak kabul edilir [50]. Bu nedenle Scotchbond 2'nin diğer adezivlerden düşük bond strength göstermesi beklenen bir sonuçtur.

Aşındırılmış dentin ve dört adeziv sistemin, temizleyici ve primerlerinin uygulandığı dentin yüzeylerinin SEM incelemeleri beklenen görüntüleri verdi. Smear tabakasını kaldırmada ve dentin tübüllerini açmada en etkili uygulamanın Amalgambond "activator", buna karşın en az etkili uygulamanın ise Scotchbond primer olduğu görüldü. Bu sonuçlar birçok araştırmacının sonuçlarıyla uyumludur [22,63].

Değme açısı ölçümleri üzerinde çeşitli çevresel faktörlerin etkisi araştırmacılar tarafından incelenmiş ve sonuçta bu işlemin dış etkilere nispeten bağımsız olduğu saptanmıştır [1,32,68,89]. Sıvı damlası katı yüzeyine yerleştirildikten sonra ölçümün yapılmasına kadar geçen süre sonuç üzerinde etkili değildir.

Katı yüzey üzerine damlatılan sıvının boyutu belli sınırlar içinde olmak koşuluyla ölçüm değerini etkilemez. Platin tel yardımıyla katı yüzeyine taşınan her bir damla yaklaşık 0.002-0.004 ml hacindedir. Bir çalışmada sadece çok uçucu sıvıların zamanla değme açısında değişim gösterdiği ve sıvının katı yüzeyine uygulandıktan sonra 5 sn içinde açı ölçümü yapılması durumunda

damla boyutunun değme açısını etkilemediği görülmüştür [90,32]. Değme açısı ölçümleri genellikle oda sıcaklığında gerçekleştirilir. Oysa biyolojik koşullar altında sıcaklık daha yüksektir. Değme açısının normal oda sıcaklığındaki değerinin, biyolojik koşullardaki değerinden farklı olmadığı belirtilmiştir [1,68,2].

Göreceli nemin, değme açısı veya katı yüzeyin özellikleri üzerinde etkisi olması gerekir. Fakat suyun dentin üzerinde yaptığı değme açısı, % 50 ve % 100 göreceli nem oranında istatistiksel açıdan önemli bir farklılık göstermemiştir [34]. Bizim çalışmalarımızda, deney sırasında ortamın nemi kontrol edilmedi. Ağız ortamında dentine adezyon sağlanırken, nem oranının çok daha yüksek olduğu düşünülebilir fakat adeziv-dişhekimliğinde rubber-dam kullanılması ortamın yüksek oranda nemini engellemek bakımından zorunluluktur.

Bu çalışmada kullanılan sekiz deney sıvısının ölçülen yüzey gerilim değerleri ile literatürde daha önceden verilmiş referans değerleri arasında sayısal olarak dikkate değer bir farklılık olmadığı Tablo (12)'den görülmektedir.

Çalışmada bu deney sıvılarının seçilme nedeni, yüzey gerilimlerinin farklı olması ve benzer deneylerde daha önce kullanılmış olmalarıdır. Diğer bazı deney sıvıları dentin yüzey çalışmaları için uygun değildir. Çünkü bu sıvılar adezyon kuvvetleri ile ilgisi olmayan farklı etkileşimler gösterebilirler. Örneğin dentinin veya dentin yüzeyine uygulanan kimyasal maddelerin içerdiği elementler ile karışarak çözünme gösterebilirler.

Bu çalışmada dentinin ıslanma kritik yüzey geriliminin saptanması amacıyla kullanılan deney sıvılarının yüzey gerilimleri ile dentin yüzeyinde oluşturdukları değme açısının (θ) kosinüsleri grafikte konumlandırıldığında, biri polar diğeri non-polar test sıvıları için olmak üzere iki ayrı regresyon doğrusu oluşturduklar. Bu durumun açıklanması γ_c 'nin hem katı hem de sıvıların özelliklerinin bir göstergesi olması temelinde yatar. Bu çalışmada kullanılan non-polar test sıvıları olan α -Bromonaftalin ve Metileniyodid'in yüzey gerilimleri van der Waals kuvvetlerinden kaynaklanır. Polar sıvılar olan Gliserol ve Thiodietanol'ün yüzey gerilimi ise polar kuvvetler tarafından oluşturulur. Bu sıvıları dentin gibi homolog olmayan bir yüzeye damlattığımızda farklı davranışlar göstermeleri ve grafikte $\cos\theta=1$ değerinin yatay ekseninde farklı değerlere karşılık gelmesi beklenen bir durumdur. Grafikte polar ve non-polar sıvıların iki ayrı doğru oluşturması katı yüzeyi (dentin) hakkında önemli bilgiler verir. Eğer katı yüzeyimiz dentin yerine, teflon gibi polar veya non-polar sıvılar ile bağ yapmayan kolay ıslanmayan bir yapı olsaydı grafikte tek bir regresyon doğrusu elde edilirdi. Oysa dentin farklı adeziv bağlar yapma özelliğine sahiptir. Dentin polar bağlardan çok van der Waals tipi bağlar yapmaya yatkındır. Bu nedenle grafikte non-polar test sıvıları olan α -Bromonaftalin ve Metilen iyodid'in oluşturduğu doğrunun $\cos\theta=1$ noktasında yatay ekseni kestiği nokta γ_c değeri olarak kabul edildi. Biz bu çalışmamız sonucunda γ_c değerini 42.15 dyn/cm olarak bulduk. Uy ve Chang [78] aşındırılmış dentinin kritik yüzey gerilimini 39-49 dyn/cm, Glantz [33], 42.7 dyn/cm, Benediktsson ve arkadaşları [12] ise 42.23 dyn/cm olarak bildirmişlerdir. Bu sonuçlardan da görüldüğü gibi bizim bulduğumuz değerler ile literatür değerleri arasında tutarlılık vardır.

Bu sonuçlara göre dentinin düşük enerjili bir yapı olduğu açıktır. Kristalize bir katı olan dentinin düşük enerjili bir yapı özelliği göstermesinin nedeni sorulabilir. Saf hidroksi apatit yüksek enerjili, kolay ıslanabilen, çok hidrofilik ve γ_c 'si 72.6 dyn/cm olarak saptanmış bir yüzeydir [34]. Bu çalışmamız sonucu hesaplanan 42.15 dyn/cm'lik dentin γ_c değeri, dentin yüzeyindeki düşük enerjili tabakanın hidroksiapatitin etkisini engelleyerek aşındırılmış dentin yüzeyini düşük enerjili bir yüzeye çevirdiğini ortaya koymaktadır. Katıların çoğu yüzeylerine adsorbe olmuş düşük enerjili tabakalar taşırlar. Aşındırılmış dentinde, bu düşük enerjili tabaka, dentinin organik kısmından kaynaklanır ve dentin yüzeyinin ıslanabilirliğini etkiler [6,9].

Kollajen, düşük yüzey gerilimli organik sıvıların dentin yüzeyinde tamamen yayılmasını önleyen bağlı su tabakası içerir. Kollajenin γ_c 'si yapının su içeriğine bağlı olarak 30-40 dyn/cm değerleri arasında hesaplanmıştır [6]. Smear tabakası yüksek organik artık içeriği nedeniyle, bu düşük enerjili aşındırılmış dentin yüzeyinin bir parçasıdır. Bu çalışmamızda elde edilen dentin γ_c değeri, dentinin inorganik bileşeninden çok yüzeye adsorbe olmuş organik tabakanın niteliğini yansıtmaktadır. Sıvı adezivlerin dentin yüzeyini ıslatmasını arttırmak için dentin yüzeyinin değiştirilmesini sağlayacak uygulamalar gereklidir. Dentin temizleyicileri ve primerlerinin kullanılma fikri bu temele dayanmaktadır.

Bu çalışmada kullanılan dentin adeziv sistemlerden sadece Amalgambond asidik temizleyici içermektedir. % 10 sitrik asit ve % 3 demirklörür'den oluşan Amalgambond "Activator"ün uygulanması sonucunda dentinin γ_c 'si 42.15 dyn/cm'den 28.4 dyn/cm'ye düşmüştür. Oysa asidik temizleyici dentin yüzeyinde uzanan düşük enerjili smear tabakasını uzaklaştırır. Özellikle son kuşak dentin adezivlerin bağlanma mekanizması dentindeki tübüllere ve

intertübüler bölgedeki boşluklu yapıya rezin adezivin nüfuz ederek mikromekanik bağlanmayı sağlaması temeline dayanır. Asit temizleyicileri uygulama nedenimiz dentinin yüzeyini rezin monomerin nüfuz edebileceği bir derinliğe kadar demineralize etmektir. Asit uygulaması sonucu dentinin γ_c 'sinin, dolayısıyla ıslanabilirliğinin azalma nedeni, dentinin demineralizasyonu sonucu yüzey kollajen konsantrasyonunun artmasıdır. Böylece yüzey, yüksek enerjili inorganik faz (hidroksiapatit) dan fakir, düşük enerjili organik faz (kollajen) dan zengin hale gelir.

Amalgambond adeziv sisteminde ikinci basamak olarak düşük enerjili yüzeyin ıslanabilirliğini arttırmak için primer ödevi gören % 35 HEMA içerikli "Adhesive Agent" uygulanır. "Adhesive Agent" dentinin γ_c 'sini 42.26 dyn/cm' ye yükseltmiştir. Böylelikle yüzey başlangıçta aşındırılmış dentin yüzeyinin γ_c 'si olan 42.15 dyn/cm değerinin üzerine çıkmıştır. Bu uygulama yüzeyin, daha sonra uygulanacak 4META/TBB esaslı Amalgambond dentin adezivin ıslatmasına elverişli hale gelmesini sağlar. Bu çalışmada kullanılan Optibond primer, Denthesive II primer ve Scötbond 2 primer, smear tabakası ile kaplı dentine doğrudan uygulanır. Bu adeziv sistemlerden Denthesive II ve Optibond primerleri dentinin γ_c 'sini sırasıyla 42.53 dyn/cm ve 42.23 dyn/cm'ye çıkartırken, Scotchbond 2 primeri 41.28 dyn/cm'ye düşürmüştür. Burada smear tabakası ile kaplı dentinin γ_c 'sinin farklı adeziv sistemlerin primerlerinin uygulanmasından sonra bir miktar değiştiği görülmektedir. Scotchbond 2, Denthesive II ve Optibond sistemlerinin primerleri "self etching primer" olarak tanımlanan asidik primerlerdir. Bunlar yüzeyde bir miktar demineralizasyon yaparak smear tabakasını kısmen uzaklaştırıp, tübüleri açarken, içerdikleri hidrofilik gruplar yardımıyla yüzeyi daha sonra uygulanacak kısmen hidrofobik metakrilat gruplarının ıslatması için elverişli hale getirirler. Dentin

primerlerinin görevi sadece ıslanabilirliđi arttırmak için dentinin kritik yüzey gerilimini arttırmak deđil; aynı zamanda dentine bađlanma işleminde bir sonraki adım için yüzeyi kimyasal olarak hazırlamaktır.

Bu araştırmada kullanılan dört adeziv sistemin son uygulama basamađında yer alan dentin adezivlerin primer uygulanmış dentin yüzeyinin γ_c 'sini deđiştirdiđi belirlendi. Denthesive II, Optibond ve Amalgambond sistemlerinde adeziv uygulandıktan sonra γ_c deđerleri belirgin şekilde artarak sırasıyla 43.63 dyn/cm, 49.26 dyn/cm ve 49.26 dyn/cm deđerlerine ulaşmıştır. Scotchbond 2 sisteminde ise deđer 41.32 dyn/cm olmuştur. Adeziv uygulanmış yüzeylerin γ_c deđerlerinin artması daha sonra uygulanacak kompozit rezinin yüzeyle daha yakın bir ilişkiye gireceđini ve arada boşluklar oluşmayacađını gösterir. Kompozit rezin ile adeziv arasındaki kimyasal bađ için çok yakın bir deđim istenir.

Adezyonun her türünde yüzeyler arasında sıkı ve yakın bir ilişkinin sađlanması esastır. Bu nedenle gerek kimyasal gerekse mekanik adezyonun başarısı için ıslanabilirlik ve ıslanma kritik yüzey gerilim deđerleri büyük önem taşımaktadır.

Bu araştırmada primer uygulanmış dentin yüzeylerinin ıslanma kritik yüzey gerilim deđerleri ile kompozitlerin dentine shear bond strength'i arasında bir korelasyon (Pearson korelasyon katsayısı = 0.2200 ve p deđeri 0.3128) istatistiksel olarak saptanmamıştır. Buna karşılık primer uygulanmış dentin yüzeylerine son olarak uygulanan adeziv ajanların yüzeyde oluşturdukları ıslanma kritik yüzey gerilim deđerleri ile shear bond strength'i arasında güçlü bir pozitif ilişki olduđu (Pearson korelasyon katsayısı = 0.8992 ve p deđerleri 0.0158) istatistiksel olarak belirlenmiştir.

SONUÇLAR

1. Çalışmada yer alan dört dentin adeziv sisteminden Scotchbond 2'nin kompozitleri dentine shear bond strength'i, diğer sistemlerden düşüktü. Aradaki fark istatistiksel olarak önemli bulundu ($p < 0.05$).
2. Daha önceden diğer araştırmacıların bildirdikleri değerlerle uyumlu olarak bu çalışmada dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimi 42.15 dyn/cm olarak saptandı.
3. Çalışmada yer alan Amalgambond sisteminin %10 sitrik asit ve %3 demirklorürden oluşan dentin temizleyicisinin uygulanmasından sonra dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimi 28.4 dyn/cm'ye düştü. Amalgambond sisteminin ikinci basamağını oluşturan primer (Adhesive Agent) uygulandıktan sonra ise γ_c 42.26 dyn/cm değerine yükseldi. Diğer üç adeziv sistemin primerlerinin uygulanması sonucu dentinin γ_c 'si Scotchbond 2 sisteminde bir miktar azalırken, diğer sistemlerde bir miktar artış gösterdi.
4. Dentin adeziv sistemlerin son uygulama basamağı olan adezivlerin sürülmesinden sonra dentinin ıslanma kritik yüzey gerilim değerleri Denthesive II, Amalgambond ve Optibond için belirgin bir artış gösterirken, Scotchbond 2 için çok küçük bir artış görüldü.
5. Primer uygulanmış dentin yüzeylerinin ıslanma kritik yüzey gerilimi değerleri ile kompozitlerin dentine shear bond strength'i arasında korelasyon bulunmazken (Pearson korelasyon katsayısı 0.2200 ve p değeri 0.3128); adeziv uygulanmış dentin yüzeylerinin ıslanma kritik yüzey gerilimi değerleri ile kompozitlerin dentine shear bond strength'i arasında güçlü bir pozitif

Dentin yüzeyine farklı dentin adezivlerin uygulanması, yüzey özelliklerini önemli ölçüde etkilemiştir. Bu uygulamaların dentinin ıslanabilirliği ve dolayısıyla bağlanma değeri üzerinde etkisi olduğu belirlenmiştir. Dentinin farklı adeziv sistemlerin uygulanmasından sonra ıslanma kritik yüzey gerilimindeki artış shear bond strength'inde de artışa neden olmuştur.

Dentin adeziv sistemlerin kullanılmasının temel nedeni kompozit dolgu maddelerinin dentine adezyonunu sağlamaktır. Bu çalışma sonucunda dentin yüzeyinin ıslanma kritik yüzey gerilimdeki artışın adezyonun başarısını da artırdığı saptanmıştır. Adezyonun iyi olması, dolgunun tutuculuğunu ve kalıcılığını artırdığı gibi mikrosızıntıyı da önler. Böylelikle dişte post-operatif duyarlılık ve pulpa patolojileri engellenmiş olur.

korelasyon bulunduđu (Pearson korelasyon katsayısı = 0.8992 ve p değeri 0.0158) saptandı.

6. Temizleyici ve primer uygulanmış dentin yüzeylerinin SEM incelemeleri sonucunda smear tabakasını kaldırmada ve dentin tübüllerini açmada en etkili uygulamanın Amalgambond "aktivator", buna karşın en az etkili uygulamanın Scotchbond Primer olduğu görüldü. Denthesive II ve Optibond Primer sistemleri ise smear tabakasını büyük ölçüde uzaklaştırmakla birlikte az miktarda artık kalmasına yol açtılar.

Adezyon kanunlarının geçerliliği gözönünde bulundurulduğunda, dentin adeziv sistemlerin, dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimi üzerindeki etkilerinin adezyonun niteliği ve gücü hakkında bilgi verdiği görülmüştür.

Bu araştırmadan, değme açısı çalışmaları ve ıslanma kritik yüzey gerilimi (γ_c) değerlerinin, dentin adeziv sistemlerin dentine etkilerini öngörmeye ve belirlemede önemli olduğu sonucu çıkmıştır. Dentinin farklı adeziv sistemlerin uygulanmasından sonra ıslanma kritik yüzey gerilimindeki artış ile shear bond strength artışı arasında ilişki bulunmuştur.

ÖZET

Bu çalışmanın birinci bölümünde dört dentin adezivin (Scotchbond 2, Denthesive II, Amalgambond, Optibond) farklı uygulama basamaklarının, dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimi (γ_c) değerlerine etkisi, ganyometre kullanarak değme açısı ölçüm yöntemiyle saptandı. Ayrıca aşındırılmış dentin yüzeyinin γ_c değeri belirlendi. Değme açısı ölçümlerinde sekiz deney sıvısı kullanıldı. Çalışmada ayrıca, aşındırılmış dentin ve dört adeziv sistemin temizleyici ve primerleri uygulanmış dentin yüzeylerinin SEM fotoğrafları alındı.

Araştırmanın ikinci bölümünde dört dentin adezivin bir kompozit rezini (Charisma, Kulzer) dentine makaslama bağlama dayanıklılığı (shear bond strength) Üniversal test aygıtında (Instron) ölçüldü. Bu amaçla her bir adeziv için 20'şer örnek kullanıldı.

Son aşamada farklı uygulamalar sonrası dentinin ıslanma kritik yüzey gerilim değerleri ile dört adeziv sistemin kompozitleri dentine bağlama değerleri arasında ilişki olup olmadığı istatistiksel olarak araştırıldı.

Elde edilen bulgulara göre;

- Dört dentin adeziv sisteminden Scotchbond 2'nin kompoziti dentine bağlama değerinin, diğerlerinden istatistiksel olarak önemli derecede düşük olduğu,
- Temizleyici ve primer uygulanmış dentin yüzeylerinin SEM incelemeleri sonucunda smear tabakasını kaldırmada ve dentin tübüllerini açmada en etkili uygulamanın Amalgambond "activator" buna karşın en az etkili uygulamanın Scotchbond 2 primer olduğu,

- Dentinin ıslanma kritik yüzey geriliminin 42.15 dyn/cm olduğu,
- Amalgambond'un asidik temizleyicisi uygulandıktan sonra dentinin γ_c 'sinin önemli ölçüde düştüğü (28.4 dyn/cm),
- Adeziv sistemler içinde yer alan primerlerin uygulanmasından sonra dentinin γ_c 'sinin sadece Scotchbond 2 için bir miktar azaldığı (41.28 dyn/cm) buna karşın Denthesive II (42.53 dyn/cm), Optibond (42.23 dyn/cm) ve Amalgambond (42.26 dyn/cm) sistemleri için artış gösterdiği,
- Dentin adeziv sistemlerin son uygulama basamağı olan adezivlerin uygulanmasından sonra dentinin ıslanma kritik yüzey gerilim değerleri Denthesive II (43.63 dyn/cm), Amalgambond (49.26 dyn/cm) ve Optibond (49.26 dyn/cm) için belirgin bir artış gösterirken, Scotchbond 2 (41.32 dyn/cm) için çok küçük bir artış görüldüğü,
- Bu bulgular doğrultusunda primer uygulanmış dentin yüzeylerinin ıslanma kritik yüzey gerilimi değerleri ile kompozitlerin dentine shear bond strength değerleri arasında korelasyon bulunmazken (Pearson korelasyon katsayısı : 0.2200 ve p değeri 0.3128); adeziv uygulanmış dentin yüzeylerinin ıslanma kritik yüzey gerilimi değerleri ile kompozitlerin dentine shear bond strength değerleri arasında güçlü bir pozitif korelasyon bulunduğu (Pearson korelasyon katsayısı : 0.8992 ve p değeri 0.015),

saptandı.

Dentin adeziv sistemler uygulanmış dentin yüzeylerinin ıslanma kritik yüzey gerilimi değerlerindeki artış bağlanma dayanıklılığında da artışa neden oldu.

ABSTRACT

In the first part of this study, the critical surface tension of wetting (γ_c) of ground dentin and ground dentin treated with four different adhesive systems (Scotchbond 2, Denthesive II, Amalgambond and Optibond) were determined by using contact angle measurement. Eight non-homolog test liquids were used for the measurement of contact angles.

In the second part of the study, shear bond strengths of the dentin adhesive systems to dentin were determined by using universal testing machine. For this purpose, 20 specimens were used for each system.

In the last part of the study, the correlation between the critical surface tension of wetting of differently treated ground dentin and shear bond strengths of four dentin adhesive systems to dentin were determined.

The results indicate that;

- The shear bond strength of Scotchbond 2 was lower than other three systems. The difference was statistically significant ($p < 0.05$).
- SEM photographs of cleanser and primer applied dentin surfaces showed that, Amalgambond activator was the most effective surface treatment for smear layer removal but conversely Scotchbond primer was the least effective in smear layer removal of these primers.
- The γ_c of ground dentin was estimated as 42.15 dyn/cm.
- After the application of Amalgambond Activator, the γ_c of dentin was estimated as 28.4 dyn/cm.
- After the application of Scotchbond dentin primer, γ_c of dentin slightly decreased (41.28 dyn/cm).

- After the application of Denthesive II, Optibond and Amalgambond primers, the γ_c of dentin slightly increased (Denthesive II: 42.53 dyn/cm, Optibond: 42.33 dyn/cm, Amalgambond: 42.26 dyn/cm).
- After the application of Scotchbond adhesive, the γ_c of dentin slightly increased (41.32 dyn/cm). But after the application of other adhesives (bonding agents) the γ_c of dentin significantly increased for Denthesive II (43.63 dyn/cm), Amalgambond (49.26 dyn/cm), Optibond (49.26 dyn/cm).
- There was no correlation between shear bond strength and γ_c of primer applied dentin (Pearson correlation coefficient: 0.2200 and p value: 0.3128).
- There was a strong positive correlation between shear bond strength and γ_c of adhesive applied dentin (Pearson correlation coefficient: 0.8992 and p value: 0.015).

An increase in the critical surface tension of wetting of dentin pretreated with dentin bonding systems resulted an increased bond strength.

KAYNAKLAR

1. Adam NK. Surface structure from contact angles. In: Gould RF, ed. Contact angle, wettability and adhesion. Advances in Chemistry Series. Washington D.C.: American Chemical Society, 1964: 52-56.
2. Adamson AW, ed. Physical Chemistry of Surfaces. New York: John Wiley & Sons, 1982: 32.
3. Asmussen E, Uno S. Adhesion of restorative resins to dentin: chemical and physicochemical aspects. Oper Dent 1992; Supplement 5: 68-74.
4. Avery JK. Dentin. In: Bhaskar SN, ed. Orban's oral histology and embryology. St. Louis: Mosby Year Book, 1991: 106-138.
5. Baier RE, Shafrin EG, Zisman WA. Adhesion: mechanisms that assist or impede it. Science 1968; 162: 1360-1368.
6. Baier RE. Occurrence, nature and extent of cohesive and adhesive forces in dental integuments. In: Lasslo A, Quintana RP, eds. Surface Chemistry and Dental Integuments. Springfield: Charles C. Thomas, 1973: 337-391.
7. Baier RE. Proteins as substrates: Introduction. In: Baier RE, ed. Applied chemistry at protein interfaces. Advances in Chemistry Series. Washington D.C: American Chemical Society, 1975: 36-40.
8. Baier RE, Zisman WA. Wetting properties of collagen and gelatin surfaces. In: Baier RE, ed. Applied chemistry at protein interfaces. Advances in Chemistry Series. Washington D.C: American Chemical Society, 1975: 155-173.
9. Baier RE. Principles of adhesion. Oper Dent 1992; supplement 5 : 1-9.

10. Barkmeier WW, Cooley RL. Laboratory evaluation of adhesive systems. *Oper Dent* 1992; supplement 5: 50-61.
11. Beech DR, Tyas MJ, Solomon A. Bond strength of restorative materials to human dentin: influence of post-extraction time. *Dent Mater* 1991; 7: 15-17.
12. Benediktsson S, Retief DH, Russel CM, Mandras RS. Critical surface tension of wetting of dentin. *J Dent Res (Abstract 777)* 1991; 70: 362.
13. Bennett MK, Zisman WA. Prevention of liquid spreading or creeping. In Gould RF, ed. Contact angle, wettability and adhesion. *Advances in Chemistry Series*. Washington D.C.: American Chemical Society, 1964: 332-340.
14. Bertolotti RL. Conditioning of the dentin substrate. *Oper Dent* 1992; supplement 5: 131-36.
15. Bouvier D, Duprez JP, Nguyen D, Lissac M. An in vitro study of two adhesive systems: third and fourth generations. *Dent Mater* 1993; 9: 365-369.
16. Bowen RL, Eick JD, Henderson DC. Smear layer: Removal and bonding considerations. *Oper Dent* 1984; supplement 3: 30-33.
17. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955; 34: 849-853 (Referans 61'den alınmıştır).
18. Busscher HJ, Pelt AWJY, Boer P, Jong HP, Arends J. The effect of surface roughening of polymers on measured contact angles of liquids. *Colloid and Surfaces* 1984; 9: 319-331.
19. Butler WT. Dentin extracellular matrix and dentinogenesis. *Oper Dent* 1992; supplement 5: 18-23.

20. Carlton DG, Beatty MW. The effect of dentin surface moisture on bond strength to dentin bonding agent. *Oper Dent* 1994; 19: 154-158.
21. Chan DCN, Reinhardt JW, Boyer DB. Composite resin compatibility and bond longevity of a dentin bonding agent. *J Dent Res* 1985; 64: 1402-1404.
22. Chappell RP, Eick JD. Shear bond strength and scanning electron microscopic observation of six current dentinal adhesives. *Quint Int* 1994; 25 (5) 359-368.
23. Craig RG, Peyton FA. Elastic and mechanical properties of human dentin. *J Dent Res* 1958; 37: 710-718 (Referans 37'den alınmıştır).
24. Dai XF, Ten Cate AR, Limeback H. The extent and distribution of intratubular collagen fibrils in human dentin. *Archs Oral Biol* 1991; 36: 775-778.
25. Edler TL, Krikorian E, Thompson VP. FTIR surface analysis of dentin and dentin bonding agents *J Dent Res* (abstract 1534) 1991; 70 : 458.
26. Eliades G. Clinical relevance of the formulation and testing of dentine bonding systems. *J Dent* 1994; 22: 73-81.
27. Emanuel R, Broome JC. Surface energy of chemomechanically prepared dentin. *Quint Int* 1988; 19 (5): 369-372.
28. Erickson RL. Surface interactions of dentin adhesive materials. *Oper Dent* 1992; supplement 5: 81-94.
29. Eick DJ, Robinson SJ, Chappell RP, Cobb CM, Spencer P. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part III. *Quint Int* 1993; 24(8): 571-582.
30. Fogel HM, Marshall FJ, Pashley DH. Effects of distance from the pulp and thickness on the hydraulic conductance of human reticular dentin. *J Dent Res* 1988; 67: 1381-1385.

31. Fowler CS, Swartz ML, Moore BK, Rhodes BF. Influence of selected variables on adhesion testing. *Dent Mater* 1992; 8: 265-269.
32. Fox HW, Zisman WA. The spreading of liquids on low energy surfaces. I. Polytetrafluoroethylene. *J Coll Sci* 1950; 5: 514-531 (Referans 89'dan alınmıştır).
33. Glantz PO. The adhesiveness of teeth. *J Coll Interface Sci.* 1971; 37 (2) : 281-290.
34. Glantz PO. Adhesion to teeth. *Int Dent J* 1977; 27 (4): 324-332.
35. Glasspoole EA, Erickson RL, Pashley DH. The effects of surface moisture on bonding to dentin. *J Dent Res (Abstract 1532)* 1991; 70: 457.
36. Goodis HE, Marshall GW, White JM, Gee L, Hornberger B, Marshall SJ. Storage effects on dentin permeability and shear bond strengths. *Dent Mater* 1993; 9: 79-84.
37. Grayson WM Jr. Dentin: microstructure and characterization. *Quint Int* 1993; 24 (9): 606-617.
38. Hirasawa T, Hirano S, Hirabayashi S, Harashima I, Aizawa M. initial dimensional change of composites in dry and wet conditions. *J Dent Res* 1983; 62: 28-31.
39. Huntsberger JR. The relationship between wetting and adhesion. In Gould RF, ed. Contact angle, wettability and adhesion. *Advances in Chemistry Series.* Washington D.C.: American Chemical Society, 1964: 180-189.
40. Inokoshi S, Hosada H, Harnirattisai C, Shimada Y. Interfacial structure between dentin and seven dentin bonding systems revealed using argon ion beam etching. *Oper Dent* 1993; 18: 8-16.

41. Jarvis NL, Fox RB, Zisman WA. Surface activity at organic-liquid air interfaces. In: Gould RF, ed. Contact angle, wettability and adhesion. Advances in Chemistry Series. Washington D.C.: American Chemical Society, 1964: 317-331.
42. Jendresen MD, Glantz PO, Baier RE, Eick JD. Microtopography and clinical adhesiveness of an acid etched tooth surface. An in vivo study. Acta Odontol Scand 1981; 39 (1): 47-53.
43. Johnson RE. Contact angle hysteresis. I. Study of an idealized rough surface. In: Gould RF, ed. Contact angle, wettability and adhesion. Advances in Chemistry Series. Washington D.C.: American Chemical Society, 1964: 112-125.
44. Kanca J III. Effect of dentin drying on bond strength. J Dent Res (Abstract 1029). 1991; 70: 394.
45. Kanca J III. Resin bonding to wet substrate. 1. Bonding to dentin. Quint Int 1992; 23: 39-41.
46. Kilani BHZ, Retief DH, Guldag MV, Castleberry DJ, Fischer TE. Wettability of selected denture base materials. J Prosthet Dent 1984; 55 (2): 288-291.
47. Kinloch AJ. Review. The science of adhesion. Part I. Surface and interfacial aspects. J Mater Sci 1980; 15: 2141-2166.
48. Lee H. Adhesion of high polymers IV. Relationship between wettability and bulk properties of high polymers. In: Alexander AL, ed. Interaction of Liquids at Solid Surfaces. Advances in Chemistry Series. Washington D.C.: American Chemical Society. 1968: 122-134.
49. Lee H, ed. Modern methods of restorative dentistry: Technique manual, Chicago: Quintessence Publishing Co., 1982: 15-36.

50. Leinfelder KF. Current developments in dentin bonding systems: major progress found in today's products. *J Am Dent Assoc* 1993; 124 (5): 40-42.
51. Mitchem JC, Granas DG, Effects of time after extraction and depth of dentin on resin dentin adhesives. *J Am Dent Assoc* 1986; 113: 285-287.
52. Mitchem JC, Gronas DG, Adhesion to dentin with and without smear layer under varying degrees of wetness. *J Prosthet Dent* 1991; 66: 619-622.
53. Munksgaard E, Asmussen E, Dentin-polymer bond mediated by glutaraldehyde/HEMA. *Scandinavian J Dent Res* 1985; 93: 463-466.
54. Nakabayashi N. Bonding of restorative materials to dentine: the present status in Japan. *Int Dent J* 1985; 35: 145-154.
55. Nakabayashi N, Takarada K. Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater* 1992; 8: 125-130.
56. Nakabayashi N. Adhesive bonding with 4-META. *Oper Dent* 1992; supplement 5: 125-130.
57. Pashley DH, Andringa HJ, Derkson GD, Kalathoor SR. Regional variability in the permeability of human dentine. *Archs Oral Biol* 1987; 32: 519-532.
58. Pashley DH, Tao L, Boyd L, King GE, Horner JA. Scanning electron microscopy of the substructure of smear layers in human dentine. *Archs Oral Biol* 1988; 33(4) : 265-270.
59. Pashley DH. Clinical correlations of dentin structure and function. *The J Prosthet Dent* 1991; 66(6): 777-781.
60. Pashley DH, Interactions of conditioners on the dentin surface. *Oper Dent* 1992; supplement 5: 137-150.

61. Pashley DH. The effects of acid etching on the pulpodentin complex. *Oper Dent* 1992; 17: 229-242.
62. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. *Quint Int.* 1993; 24 (9): 618-631.
63. Perdigao J, Swift EJ, Denehy GE, Wefel JS, Donly KJ, In vitro bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. *J Dent Res* 1994; 73 (1) : 44-55.
64. Phillips RW, ed. *Science of dental materials*. Philadelphia: W.B. Saunders Co., 1991: 11-28.
65. Prati C. What is the clinical relevance of in vitro dentine permeability tests. *J Dent* 1994; 22: 83-88.
66. Rueggeberg FA. Substrate for adhesion testing to tooth structure- Review of the literature. *Dent Mater* 1991; 7: 2-10.
67. Ruse ND, Smith DC. Adhesion to bovine dentin-surface characterization. *J Dent Res* 1991; 70: 1002-1008.
68. Shafrin EG, Zisman WA. Upper limits to the contact angles of liquids on solids. In: Gould RF, ed. *Contact angle, wettability and adhesion*. *Advances in Chemistry Series*. Washington D.C.: American Chemical Society, 1964: 145-157.
69. Solomon A, Beech DR. Bond strengths of composites to dentine using primers. *J Dent Res (Abstract 253)*. 1983; 62: 677.
70. Söderholm KJM. Correlation of in vivo and in vitro performance of adhesive restorative materials: A report of the ASCMD 159 Task group on test methods for the adhesion of restorative materials. *Dent Mater* 1991; 7: 74-83.

71. Spencer P, Byerley TJ, Eick JD, Witt JD. Chemical characterization of the dentin/adhesive interface by Fourier Transform Infrared Photoacoustic Spectroscopy. Dent Mater 1992; 8: 10-15.
72. Stockhouse JA, Kristol DS, von Hagen S, Rao G. Effect of dentin location and post extraction time on TDI/dentin bond strength. J Dent Res (Abstract 776) 1986; 65: 812.
73. Smblođlu K, Smblođlu V, eds. Biyoistatistik. Ankara: zdemir Yayıncılık, 1994: 185-204.
74. Őenvar C, Temel Kimya. Ankara: Hacettepe niversitesi Yayınları, 1981: 258-265.
75. Tomsia AP, Pask JA. Chemical reactions and adherence at glass/metal interfaces: an analysis. Dent Mater 1986; 2: 10-16.
76. Torneck CD. Dentin-pulp complex. In: ten Cate AR, ed. Oral Histology, Development, Structure and Function. St. Louis: C.V. Mosby. 1989: 157-196.
77. Triolo PT, Swift EJ. Shear bond strength of ten dentin adhesive systems. Dent Mater 1992; 8: 370-374.
78. Uy KC, Chang R. eds. An approach to the study of the mechanism of adhesion to teeth. Adhesive restorative dental materials-II Washington D.C.: Public Health Service Publication No 1494, 1966: 103-131 (Referans 6'dan alınmıŐtır).
79. Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdifusion zone with different dentin adhesive systems. J Dent Res. 1992; 71 (8): 1530-1540.
80. Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicaise M, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comperative SEM and TEM examination of the

- ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *J Dent Res* 1993; 72 (2) : 495-501
81. Van Meerbeek B, Mohrbacher H, Celis JP, Roos JR, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Chemical characterization of the resin-dentin interface by micro-Raman spectroscopy. *J Dent Res* 1993; 72 (10): 1423-1428.
 82. Vongsavan N, Matthews B. Fluid flow through cat dentine in vivo. *Archs Oral Biol.* 1992; 37: 175-185.
 83. Wang T, Nakabayashi N. Effect of 2-(methacryloxy)ethyl phenyl hydrogen phosphate on adhesion to dentin. *J Dent Res* 1991; 70: 59-66.
 84. Ward CA, Neumann AW. On the surface thermodynamics of a two component liquid-vapor-ideal solid system. *J Coll Interface Sci* 1974; 49 (2): 286-290.
 85. Watanabe I, Nakabayashi N. Measurement methods for adhesion to dentine: the current status in Japan. *J Dent.* 1994; 22: 67-72.
 86. Water NE. Some mechanical and physical properties of teeth. In: Vincent JFV, Currey JD, eds. *The mechanical Properties of Biological Materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 1980: 99-136. (Referans 37'den alınmıştır).
 87. Williams VD, Leary JM, Aquilino SA. The effect of storage time prior to composite placement on composite/dentin bond strength. *J Dent Res* (Abstract 2129) 1988; 67: 379.
 88. Wolinsky LE, Armstrong RW, Seghi RR. The determination of ionic bonding interactions of N-Phenyl Glycine and N-(2-hydroxy-3-methacryloxypropyl)-N-Phenyl Glycine as measured by carbon-13 NMR analysis. *J Dent Res* 1993; 72 (1): 72-77.

89. Zisman WA, Constitutional effects on adhesion and abhesion. In: Weiss P, ed. Adhesion and Cohesion. New York: Elsevier Publishing Co., 1962: 176-208.
90. Zisman WA, Releation of the equilibrium contact angle to liquid and solid constitution. In: Gould RF, ed. Contact angle, wettability and adhesion. Advances in Chemistry Series. Washington D.C.: American Chemical Society, 1964: 1-51.
91. Oilo G. Bond strength testing-what does it mean ?. Int Dent J 1993; 43: 492-498.

