

T.C.
NECMETTİN ERBAKAN ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ

**VİTAL PULPA TEDAVİLERİNDE KULLANILAN
YENİ KALSİYUM SİLİKAT ESASLI MATERYALLERİN
MİKROYAPISI ve FİZİKSEL ANALİZİ**

MERVE AKBAŞ

DİŞ HEKİMLİĞİNDE UZMANLIK TEZİ
ENDODONTİ ANABİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI
Doç. Dr. Makbule Bilge AKBULUT

KONYA 2022

T.C.
NECMETTİN ERBAKAN ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ

**VİTAL PULPA TEDAVİLERİNDE KULLANILAN
YENİ KALSİYUM SİLİKAT ESASLI MATERYALLERİN
MİKROYAPISI ve FİZİKSEL ANALİZİ**

MERVE AKBAŞ

DİŞ HEKİMLİĞİNDE UZMANLIK TEZİ
ENDODONTİ ANABİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI

Doç. Dr. Makbule Bilge AKBULUT

Bu araştırma projesi Necmettin Erbakan Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri
Koordinatörlüğü tarafından 211924003 proje numarası ile desteklenmiştir.

KONYA 2022

TEZ ONAY SAYFASI

Necmettin Erbakan Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Endodonti Anabilim Dalı Uzmanlık Öğrencisi **Merve AKBAŞ**'ın "**Vital Pulpa Tedavilerinde Kullanılan Yeni Kalsiyum Silikat Esaslı Materyallerin Mikroyapısı ve Fiziksel Analizi**" başlıklı tezi tarafımızdan incelenmiş; amaç, kapsam ve kalite yönünden Diş Hekimliğinde Uzmanlık Tezi olarak kabul edilmiştir.

Konya/ TÜRKİYE / /

Tez Danışmanı

Doç. Dr. Makbule Bilge AKBULUT

Necmettin Erbakan Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi

Jüri Üyesi

Doç. Dr. Mehmet Burak GÜNEŞER

Bezmiâlem Vakıf Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi

Jüri Üyesi

Doç. Dr. Arslan TERLEMEZ

Necmettin Erbakan Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi

Yukarıdaki tez, Necmettin Erbakan Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Yönetim Kurulunun / / sayılı kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Ali Rıza TUNÇDEMİR

Necmettin Erbakan Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi Dekanı

APPROVAL

We certify that we have read this dissertation entitled “**Microstructure and physical analysis of novel calcium silicate-based materials used in vital pulp therapies**” by “**Merve AKBAŞ**” that in our opinion it is fully adequate, in scope and quality, as dissertation for the degree of Master of Science in the Department of Endodontics Faculty of Dentistry, University of Necmettin Erbakan.

Konya, TURKEY / /

Principal Advisor

Assoc. Prof. Makbule Bilge AKBULUT

Necmettin Erbakan University

Faculty of Dentistry

Examination Committee Member

Assoc. Prof. Mehmet Burak GÜNEŞER

Bezmîâlem Foundation University

Faculty of Dentistry

Examination Committee Member

Assoc. Prof. Arslan TERLEMEZ

Necmettin Erbakan University

Faculty of Dentistry

This thesis has approved by the decision of Necmettin Erbakan University Faculty of Dentistry Administrative Board dates / / and numbered

Dean Prof. Ali Rıza TUNÇDEMİR

Necmettin Erbakan University

Faculty of Dentistry

TEZ BEYAN SAYFASI

Bu tezin tamamının kendi çalışmam olduğunu, planlanmasından yazımına kadar hiçbir aşamasında etik dışı davranışımın olmadığını, tezdeki bütün bilgileri akademik ve etik kurallar içinde elde ettiğimi, tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara kaynak gösterdiğimi ve bu kaynakları kaynaklar listesine aldığımı, tez çalışması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarımı ihlal edici bir davranışımın olmadığını beyan ederim.

/ /

Merve AKBAŞ



BENZERLİK RAPORU

Tez Çalışması Benzerlik Raporu

ORJİNALLIK RAPORU

% 7	% 7	% 2	% 2
BENZERLİK ENDEKSİ	İNTERNET KAYNAKLARI	YAYINLAR	ÖĞRENCİ ÖDEVLERİ

BİRİNCİL KAYNAKLAR

1	acikbilim.yok.gov.tr İnternet Kaynağı	% 1
2	acikerisimarsiv.selcuk.edu.tr:8080 İnternet Kaynağı	% 1
3	acikerisim.kku.edu.tr İnternet Kaynağı	% 1
4	www.openaccess.hacettepe.edu.tr:8080 İnternet Kaynağı	<% 1
5	Submitted to Eskisehir Osmangazi University Öğrenci Ödevi	<% 1
6	docplayer.biz.tr İnternet Kaynağı	<% 1
7	acamedicine.org İnternet Kaynağı	<% 1
8	adudspace.adu.edu.tr:8080 İnternet Kaynağı	<% 1
9	Submitted to Konya Necmettin Erbakan University Öğrenci Ödevi	<% 1

TEŐEKKÜR

Hiç karřılık beklemeden maddi ve manevi destekleriyle her zaman yanımda olan, evlatları olmaktan onur ve gurur duyduğum annem ve babam ile birlikte sevgili abim ve kardeşlerime

Uzmanlık eğitimim boyunca değerli bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan ve her zaman yol gösteren tez danışmanım ve değerli hocam Sayın Doç. Dr. Makbule Bilge Akbulut'a

Uzmanlık eğitimim boyunca desteklerini esirgemeyen ve tecrübelerini benimle paylaşan hocalarım Sayın Doç. Dr. Melek AKMAN, Doç. Dr. Arslan TERLEMEZ, Dr. Öğr. Üyesi Şeref Nur MUTLU ve Dr. Öğr. Üyesi Durmuş Alperen BOZKURT'a

Eğitim hayatımız boyunca her anımızı birlikte geçirdiğimiz, sevgili Müge Selin AYDEMİR, Sümeyye ALBAYRAK, Sare Sena PEKDEMİR ve tüm asistan arkadaşlarıma

Tezimin XRD analizinin yapım ve değerlendirme aşamasında yardımlarından dolayı Sayın Dr. Ahmet Burçin BATIBAY'a

Materyal desteklerinden dolayı Imicryl firmasına

Sonsuz sevgi ve teşekkürlerimi sunuyorum.

İÇİNDEKİLER

İç kapak	i
Tez Onay Sayfası	ii
Approval.....	iii
Tez Beyan Sayfası	iv
Benzerlik Raporu	v
Teşekkür	vi
İçindekiler.....	vii
Simgeler ve Kısaltmalar	ix
Şekiller Listesi	x
Tablolar Listesi	xii
Özet.....	xiii
Abstract	xiv
1.GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ÖZETİ	3
2.1. Vital pulpa tedavileri.....	3
2.2. Vital pulpa tedavisinde kullanılan materyaller	5
2.3 Kalsiyum silikat esaslı materyallerin biyoaktivitesi	8
2.4. Biodentine.....	9
2.5. BIO MTA+	12
2.6. BIOfactor MTA	13
2.7. Kullanılan simanların karakterizasyonu.....	15
2.7.1 X-ışını kırınım analizi (XRD).....	15
2.7.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-ışını Analizi (EDX).....	16
2.8. Fiziksel Özellikler	17
2.8.1. Basma Dayanımı	17
2.8.2. Sertleşme Süresi.....	18
2.8.3. Çözünürlük	19
2.8.4. Boyutsal değişiklik	20
2.8.5. Yüzey pürüzlülüğü	20
3. GEREÇ VE YÖNTEM	22
3.1. Çalışmamızda kullanılan kalsiyum silikat esaslı materyaller.....	22

3.2. X ışını kırınım analizi.....	23
3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu analizi	24
3.4. Enerji dağılımlı X ışını analizi (EDX)	25
3.5. Basma Dayanımı Testi	25
3.6. Sertleşme Süresinin Tayini	27
3.7. Çözünürlük Testi.....	29
3.8. Boyutsal değişim testi	31
3.9. Yüzey Pürüzlülüğü Testi	32
3.10. İstatistiksel Değerlendirme	34
4. BULGULAR.....	35
4.1. XRD Analizi Bulguları.....	35
4.2. SEM Görüntüleri.....	38
4.3. SEM-EDX Analizi	40
4.4. Basma Dayanımı Bulguları	47
4.5. Sertleşme Süresinin Tayini Bulguları	47
4.6. Çözünürlük Bulguları.....	48
4.7. Boyutsal değişim testi bulguları	50
4.8. Yüzey pürüzlülüğü bulguları	51
5.TARTIŞMA.....	54
6.SONUÇ ve ÖNERİLER.....	69
7. KAYNAKLAR	71
8.ÖZGEÇMİŞ	83

SİMGELER VE KISALTMALAR

%	: Yüzde
3D	: Üç boyutlu
ASTM	: American Society for Testing and Materials
Bi ₂ O ₃	: Bizmut oksit
BMP-7	: Kemik morfojenik protein-7
C	: Karbon
Ca	: Kalsiyum
Ca(OH) ₂	: Kalsiyum hidroksit
Ca ₃ SiO ₅	: Trikalsiyum silikat
Cl	: Klor
EDX	: Enerji Dağılımlı X-ışını Analizi
HA	: Hidroksiapatit
ICDD	: Uluslararası Kırınım Verileri Merkezi
ISO	: International Organization for Standardization
LVDT	: Doğrusal değişken diferansiyel dönüştürücü
mm	: Milimetre
ml	: Mililitre
µm	: Mikrometre
MPa	: Megapaskal
MTA	: Mineral trioksit agregat
O	: Oksijen
Ra	: Ortalama pürüzlülük
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
Si	: Silikon
TBF- β1	: Dönüştürücü büyüme faktörü- β1
VPT	: Vital pulpa tedavisi
XRD	: X-ışını kırınım analizi
Yb	: Ytterbiyum
ZrO ₂	: Zirkonyum oksit
ZOE	: Çinko oksit ojenol

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 3.1.1. Biodentine ve yeni karıştırılmış Biodentine	23
Şekil 3.1.2. BIO MTA+ ve yeni karıştırılmış BIO MTA+	23
Şekil 3.1.3. BIOfactor MTA ve yeni karıştırılmış BIOfactor MTA.....	23
Şekil 3.2.1. X ışını kırınım difraktometresi (Panalytical Empyrean)	24
Şekil 3.3.1. Taramalı Elektron Mikroskobu.....	25
Şekil 3.5.1. Basma dayanımı testinde kullanılan teflon kalıp ve 4 mm çapında-6 mm yüksekliğinde hazırlanan numune	26
Şekil 3.5.2. Tez çalışmamızda kullanılan inkübatör.....	26
Şekil 3.5.3. Basma dayanımı testinin uygulanması	27
Şekil 3.6.1. Reometre.....	28
Şekil 3.6.2. Otomatik vicat cihazı ve vicat iğnesi	28
Şekil 3.6.3. Vicat cihazının kalibrasyonunda kullanılan parametreler	29
Şekil 3.7.1. Tez çalışmamızda numunelerin kütlelerinin ölçülmesi için kullanılan hassas terazi.....	30
Şekil 3.7.2. Materyallerin çözünürlüklerinin belirlenmesi için hazırlanan numuneler	30
Şekil 3.8.1. Boyutsal değişim testinde kullanılan teflon kalıp ve elde edilen siman örneği	31
Şekil 3.8.2. Elde edilen numunelerin dijital kumpas ile ölçümü	32
Şekil 3.8.3. Distile su içerisinde bekletilen numuneler.....	32
Şekil 3.9.1. Akrilik kalıplar içerisine gömülen örnekler.....	33
Şekil 3.9.2. Optik profilometre cihazı.....	33
Şekil 4.1.1. Biodentine tozuna ait XRD analizi bulguları.....	35
Şekil 4.1.2. BIO MTA+ tozuna ait XRD analizi bulguları	36
Şekil 4.1.3. BIOfactor MTA tozuna ait XRD analizi bulguları.....	37
Şekil 4.2.1. Biodentine yüzeyinin SEM görüntüsü (sol üst 5000× büyütme, sağ üst 2500× büyütme, sol alt 1000× büyütme, sağ alt 500× büyütme).....	38
Şekil 4.2.2. BIO MTA+ yüzeyinin SEM görüntüsü (sol üst 5000× büyütme, sağ üst 2500× büyütme, sol alt 1000× büyütme, sağ alt 500× büyütme).....	39
Şekil 4.2.3. BIOfactor MTA yüzeyinin SEM görüntüsü (sol üst 5000× büyütme, sağ üst 2500× büyütme, sol alt 1000× büyütme, sağ alt 500× büyütme).....	40

Şekil 4.3.1. Biodentine örneğinin SEM görüntüsü ve element haritası (Cl: Klor, Si:Silikon, C:Karbon, Ca:Kalsiyum, O:Oksijen).....	41
Şekil 4.3.2. Biodentine örneği üzerinde SEM-EDX analizi için taranan bölgeler (1000× büyütme)	42
Şekil 4.3.3. BIO MTA+ örneğinin SEM görüntüsü ve element haritası (C:Karbon, O:Oksijen, Ca:Kalsiyum)	43
Şekil 4.3.4. BIO MTA+ örneği üzerinde SEM-EDX analizi için taranan bölgeler (1000× büyütme)	44
Şekil 4.3.5. BIOfactor MTA örneğinin SEM görüntüsü ve element haritası (O:Oksijen, Si:Silikon, Ca:Kalsiyum, Yb:Yterbiyum, C:Karbon)	45
Şekil 4.3.6. BIOfactor MTA örneği üzerinde SEM-EDX analizi için taranan bölgeler (1000× büyütme)	46
Şekil 4.4.1. Materyallerin basma dayanımlarının karşılaştırılması	47
Şekil 4.5.1. Materyallerin sertleşme zamanlarının karşılaştırılması.....	48
Şekil 4.6.1. Materyallerin çözünürlük değerlerinin karşılaştırması.....	50
Şekil 4.7.1. Materyallerin boyutsal değişim yüzdesinin karşılaştırılması.....	51
Şekil 4.8.1. Materyallerin yüzey pürüzlülüğünün karşılaştırılması.....	52
Şekil 4.8.2. Biodentine örneğinin profilometre kullanılarak alınan 3 boyutlu yüzey görüntüsü.....	52
Şekil 4.8.3. BIO MTA+ örneğinin profilometre kullanılarak alınan 3 boyutlu yüzey görüntüsü.....	53
Şekil 4.8.4. BIOfactor MTA örneğinin profilometre kullanılarak alınan 3 boyutlu yüzey görüntüsü.....	53

TABLULAR LİSTESİ

Tablo 3.1.1. Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın içerikleri	22
Tablo 4.3.1. Biodentine'in elemental kompozisyonu (3 bölgenin ortalaması).....	42
Tablo 4.3.2. BIO MTA+'ın elemental kompozisyonu (3 bölgenin ortalaması)	44
Tablo 4.3.3. BIOfactor MTA'nın elemental kompozisyonu (3 bölgenin ortalaması) .	46
Tablo 4.4.1. Materyallerin basma dayanımlarının karşılaştırılması.....	47
Tablo 4.5.1. Materyallerin sertleşme zamanlarının karşılaştırılması	48
Tablo 4.6.1. Materyallerin çözünürlük değerlerinin karşılaştırılması.....	50
Tablo 4.7.1. Materyallerin zaman dilimlerine göre boyutsal değişim yüzdesinin karşılaştırılması.....	51
Tablo 4.8.1. Materyallerin yüzey pürüzlülüğünün karşılaştırılması	52

ÖZET

T.C.

NECMETTİN ERBAKAN ÜNİVERSİTESİ

DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ

VİTAL PULPA TEDAVİLERİNDE KULLANILAN YENİ KALSİYUM SİLİKAT ESASLI MATERYALLERİN MİKROYAPISI ve FİZİKSEL ANALİZİ

Merve AKBAŞ

Endodonti Anabilim Dalı

UZMANLIK TEZİ / KONYA-2022

İdeal fiziksel özelliklere sahip olmak, endodontik biyomateryali klinik uygulamalarda tercih edilir kılmaktadır. Bu çalışmanın amacı kalsiyum silikat esaslı materyallerden olan BIO MTA+ (Cerkamed, Pawłowski, Polonya), BIOfactor MTA (Imicryl Dental, Konya, Türkiye) ve Biodentine (Septodont Ltd., Fransa)'nin fiziksel ve kimyasal özelliklerini değerlendirmek ve karşılaştırmaktır.

Kalsiyum silikat esaslı materyallerde bulunan ana bileşenleri tespit etmek için x ışını kırınım analizi (XRD) kullanıldı. Materyallerin yüzey morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak analiz edildi, element içerikleri ise enerji dağılımlı x-ışını analizi (SEM-EDX) kullanılarak belirlendi. Materyaller ayrıca basma dayanımı, sertleşme süresi, çözünürlük, boyutsal değişiklik ve yüzey pürüzlülüğü açısından test edildi. Verilerin istatistiksel analizi için Kruskal Wallis testi ve Mann-Whitney U testi uygulandı ($P=0,05$).

Materyaller üzerinde gerçekleştirilen XRD analizi, kalsiyum silikat fazları ve farklı radyoopaklaştırıcı bileşikler gösterdi. Her üç materyalin basma dayanımları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunamamıştır ($P>0,05$). Final sertleşme zamanı en kısa olan materyal BIO MTA+, en uzun olan materyal ise Biodentine olarak bulunmuştur ($P<0,05$). Tüm zaman dilimlerinde, BIOfactor MTA en yüksek çözünürlük değerleri göstermiştir ($P<0,05$). En fazla genişleme BIO MTA+'da gözlenirken, yüzey pürüzlülük ortalamasında en yüksek değer BIOfactor MTA grubunda bulunmuştur ($P<0,05$).

BIOfactor MTA'nın kimyasal içeriği, BIO MTA+ ve Biodentine ile benzerdi. BIOfactor MTA, BIO MTA+ ve Biodentine ile karşılaştırıldığında benzer basma dayanımı; ortalama sertleşme süresi ve boyutsal stabilite; yüksek çözünürlük ve yüzey pürüzlülüğü sergiledi.

Anahtar kelimeler: Basma dayanımı, Çözünürlük, Sertleşme zamanı, Taramalı elektron mikroskobu, X-ışını kırınımı

ABSTRACT

T.C.

NECMETTIN ERBAKAN UNIVERSITY

FACULTY OF DENTISTRY

MICROSTRUCTURE AND PHYSICAL ANALYSIS of
NOVEL CALCIUM SILICATE-BASED MATERIALS
USED in VITAL PULP THERAPIES

Merve AKBAŞ

Department of Endodontics

Specialization Thesis / KONYA-2022

Ideal physical properties make the endodontic biomaterial preferable in clinical procedures. The aim of this study was to evaluate and compare the physical and chemical properties of different calcium silicate-based materials; BIO MTA+ (Cerkamed, Pawłowski, Poland), BIOfactor MTA (Imicryl, Dental, Konya, Turkey) and Biodentine (Septodont, France).

X-ray diffraction (XRD) analysis was used to detect the main constituents of calcium silicate-based materials. The surface morphology of the materials was analyzed using scanning electron microscopy (SEM), and the elemental composition was determined using energy-dispersive x-ray analysis (SEM-EDX). Compressive strength, setting time, solubility, dimensional changes, and the surface roughness of the materials were also tested. Kruskal-Wallis and Mann-Whitney U tests were used for the statistical analysis of the data. (P=0,05)

XRD analysis performed on the materials showed calcium silicate phases and different radioopacifier compounds. No statistically significant differences were found among the compressive strength values of all materials (P>0.05). Final setting time was found to be the shortest in BIO MTA+, and the longest in Biodentine (P<0.05). BIOfactor MTA showed the highest value in solubility on all time periods (P<0.05). The greatest dimensional expansion was observed in BIO MTA+, whereas the greatest mean surface roughness was found in BIOfactor MTA group (P<0.05).

The chemical content of the novel material- BIOfactor MTA was similar to BIO MTA+ and Biodentine. BIOfactor MTA exhibited similar values in compressive strength; an intermediate setting time and dimensional change; high solubility and surface roughness when compared to BIO MTA+ and Biodentine.

Keywords: Compressive strength, Scanning electron microscopy, Setting time, Solubility, X-Ray diffraction

1.GİRİŞ

Restoratif diş hekimliğinin temeli, sağlıklı ve fonksiyonel pulpa-dentin kompleksinin korunması ilkesine dayanır (Parolia ve ark. 2010). Vital pulpa tedavileri, dişlerin vitalitesini korumayı ve sürdürmeyi amaçlamakta (Swift ve ark. 2003) ve iki yüz yılı aşkın süredir uygulanmaktadır. Bu prosedür, kalan ince dentinin veya ekspoz olan pulpanın üzerine koruyucu bir biyomateryalin (pulpa kaplama materyali olarak adlandırılır) yerleştirilmesini içerir. Vital pulpa tedavilerinde indirekt pulpa kaplaması, direkt pulpa kaplaması ve pulpotomi olmak üzere farklı yöntemler kullanılmıştır (Saghiri ve ark. 2016).

Literatürde vital pulpa tedavileriyle ilgili farklı başarı oranları bildirilmiştir (Mejare ve Cvek 1993; Çalışkan 1995; Dammaschke ve ark. 2010) ve bu tedavi prosedürleri geleneksel olarak sadece genç hastalarda önerilmiştir (Ward 2002). Endodontik tedavi, çürük temizlenmesi sırasında karşılaşılan pulpa ekspozunun tedavisinde geleneksel yaklaşım olmuştur (Al-Hiyasat ve ark. 2006). Ancak çürük nedeniyle ekspoz olan pulpaya sahip vital daimi dişler için olası alternatif tedaviler olarak vital pulpa tedavilerini öneren ve oldukça yüksek başarı oranları gösteren çalışmalar bulunmaktadır (Ward 2002).

Vital pulpa tedavisinin başarısını kullanılan pulpa kaplama materyali etkilemektedir (Negm ve ark. 2016). Bu nedenle vital pulpa tedavisinde kullanılacak materyalden bazı özellikler beklenmektedir. Vital pulpa tedavisi için ideal materyal, bakterisidal veya bakteriyostatik olmalı, uzun süreli bakteriyel sızdırmazlık sağlamalı ve reperatif dentin oluşumunu stimüle etmelidir (Witherspoon 2008).

Kalsiyum hidroksit (Ca(OH)_2), vital pulpa tedavisinde uzun yıllar boyunca ilk tercih edilen materyal olmuştur (Asgary ve Ahmadyar 2013). Öte yandan, kalsiyum hidroksitin düşük elastisite modülü, düşük basınç dayanımı ve dentine adezyon yetersizliği gibi bazı dezavantajları nedeniyle alternatif bir materyal olarak mineral trioksit agregat (MTA) önerilmiştir (Witherspoon ve ark. 2006; Hegde ve ark. 2017; Katge ve Patil 2017). MTA, dentin köprüsü oluşumunu uyaran, iyi sızdırmazlık kabiliyetine ve biyouyumluluğa sahip alkali bir materyaldir. Ancak, MTA'nın renk değişikliğine neden olma, uzun sertleşme süresi ve pahalı bir materyal olması gibi bazı dezavantajları vardır (Parirokh ve Torabinejad 2010).

Şu anda piyasada bulunan pulpa kaplama materyallerinden hiçbiri, dental materyal alanındaki hızlı ilerlemeye rağmen diş hekimlerinin tüm gereksinimlerini karşılayamamaktadır (Dominguez ve ark. 2003; Accorinte ve ark. 2008; Parirokh ve ark. 2011; Silva ve ark. 2013). Bu nedenle diş hekimliğinde alternatif materyal arayışları halen devam etmektedir.

Son zamanlarda, kalsiyum silikat esaslı bir materyal olan Biodentine, endodontide popülerlik kazanmıştır. Biodentine, literatürde sıklıkla adı geçen kalsiyum silikat esaslı simanların önemli bir temsilcisidir. Biodentine, MTA ile aynı klinik uygulamalara sahiptir ancak üstün fizikokimyasal özellikleri, dişlerde renk değişikliğine neden olmaması, hızlı sertleşme süresine sahip olması ve kullanım kolaylığı ile öne çıkmaktadır (Rajasekharan ve ark. 2014).

Bu tez çalışmasında Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın temel bileşenlerinin x ışını kırınım analizi (XRD) ile belirlenmesi, yüzey morfolojisinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmesi ve element içeriklerinin ise enerji dağılımlı x-ışını analizi (SEM-EDX) kullanılarak belirlenmesi amaçlanmıştır. Ayrıca yakın zamanda piyasaya sürülen materyaller olan BIOfactor MTA ve BIO MTA+'ın basma dayanımı, sertleşme süresi, çözünürlük, boyutsal değişiklik ve yüzey pürüzlülüğünün incelenmesi ve bu materyallerin fiziksel özelliklerinin Biodentine ile karşılaştırılması amaçlanmıştır. Bu yönüyle çalışmamızın literatürde benzeri bulunmamaktadır.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

2.1. Vital pulpa tedavileri

Daimi dişlerde pulpa ekspozunun tedavisi klinisyenler için zorluk teşkil eder. Travmatik yaralanmalar, anatomik anomaliler ve geniş çürükler, pulpanın iltihaplanmasına ve kök gelişiminin durmasına neden olabilir (Endodontology 2006). Endodonti alanında, pulpa canlılığının korunması ve pulpanın reperatif potansiyelinin desteklenmesi ile ilgili farklı prosedürler, vital pulpa tedavisi adı altında tanımlanmıştır (Lin ve ark. 2020).

Vital pulpa tedavisi, uygun çürük yönetimi sayesinde, açıkta kalan dentin ve pulpayı dış uyaranlardan korumak için sızdırmaz bir dental biyomateryal yerleştirilerek mikrobiyal irritasyonu ortadan kaldırmayı ve böylece ortaya çıkabilecek yeni bir bakteriyel hasarı önlemeyi amaçlamaktadır (Duncan ve ark. 2019). Vital pulpa tedavileri, ileride meydana gelebilecek kök kanal tedavisi ihtiyacını ortadan kaldırmak veya maturasyonu tamamlanmamış dişlerde en azından kök gelişimi tamamlanana kadar kök kanal tedavisini ertelemek için yapılmaktadır (Schwendicke ve ark. 2016). Ayrıca vital pulpa tedavisi, pulpektomi ve kök kanal tedavisine göre daha hızlı, teknik olarak daha az karmaşık ve daha az invazivdir ve renk değişikliği, kırık veya rezidüel periapikal inflamasyon gibi istenmeyen etkileri de azaltır (Duncan ve ark. 2019). Vital pulpaya sahip dişler çiğneme kuvvetlerine karşı daha dirençli olduğu için vital pulpa tedavisi yapılarak pulpa canlılığının korunması önemlidir. Kanal tedavili bir dişte proprioseptif yanıt oluşması için dişin 2,5 kat daha fazla kuvvete maruz kalması gereklidir (Stanley 1989). Bu nedenle, vital pulpalı bir diş kök kanal tedavisi yapılmış bir diş ile karşılaştırıldığında, çiğneme kuvvetlerinin neden olduğu sert doku hasarına karşı daha dirençlidir (Dammachke ve ark. 2010). Vital pulpa tedavisinin bahsedilen bu avantajlarından dolayı vital pulpa dokusu mümkün olduğu kadar korunmaya çalışılmalıdır.

Vital pulpa tedavisi, farklı yöntemleri kapsamaktadır; bunlar direkt pulpa kaplaması, indirekt pulpa kaplaması ve pulpotomidir (Endodontology 2006). Direkt pulpa kaplaması, sağlıklı bir pulpanın travmatik yaralanmayla veya iyatrojenik nedenlerle ekspoz olduğu durumlarda gerçekleştirilir (Fuks 2008). Direkt pulpa kaplaması sırasında, ekspoz olan bölgeye bir medikament yerleştirilir, böylece pulpa iyileşmesinin uyarılması ve reperatif dentin üretiminin stimülasyonu amaçlanır.

Yapılan bu tedavinin başarılı olması daha ileri bir tedaviye (örneğin kök kanal tedavisi) olan ihtiyacı ortadan kaldıracaktır (Hilton 2009).

Direkt pulpa kaplaması için antibiyotikler, kalsitonin, kollajen, kortikosteroidler, siyanoakrilat, rezorbe olabilen trikalsiyum fosfat seramik, rezin bazlı adeziv kompozit sistemler, biyoseramik, Biodentine, CEM simanı, trikalsiyum fosfat simanı (Asgary ve Ahmadyar 2013; Nowicka ve ark. 2013; Ghoddusi ve ark. 2014), çinko oksit ojenol (ZOE), Ca(OH)₂ ve MTA gibi materyallerin kullanımı önerilmiştir. Ancak direkt pulpa kaplaması için ZOE, Ca(OH)₂ ve MTA daha sık kullanılmıştır (Tziafas ve ark. 2002).

İndirekt pulpa kaplaması ise pulpa ekspozuna neden olabilecek çürük dentinin, pulpa ekspozunu önlemek için korunduğu ve üzerine biyouyumlu bir materyalin yerleştirildiği prosedür olarak tanımlanır (Ingle ve ark. 2008). Çürük dentinin en derin tabakasının pulpayı ekspoz etmeden bırakılması işlem sonrası pulpa semptomlarının ortaya çıkma ihtimalini önemli ölçüde azaltır ve rezidüel dentinin remineralizasyonu ile olumlu klinik sonuçlar bildirilmiştir (Bergenholtz ve ark. 2013).

İndirekt pulpa kaplaması için tarih boyunca rezin modifiye cam iyonomer simanlar, trikalsiyum fosfatlar, hidrofilik rezinler, ZOE ve Ca(OH)₂ dahil olmak üzere birçok malzeme kullanılmıştır. Bunlardan ZOE ve Ca(OH)₂ indirekt pulpa kaplaması için en yaygın kullanılanlardır (Akhlaghi ve Khademi 2015).

Pulpotomi terimi ise, radiküler kısımdaki pulpanın canlılığını korumanın bir yolu olarak vital pulpanın koronal kısmının çıkarılması olarak tanımlanan daha kapsamlı bir prosedürdür (Ingle ve ark. 2008).

Pulpa kaplama tedavisinin öngörülebilirliği literatürde yıllardır tartışılmakta olup başarı oranının %33,3'ten %92,2'ye kadar geniş bir aralıkta değişebildiği iddia edilmektedir (Endodontists 2003; Al-Hiyasat ve ark. 2006). Bu nedenle günümüzde çürük temizlenmesi sırasında pulpanın açığa çıkması, kesin kanal tedavisi endikasyonu olarak değerlendirilmemelidir (Witherspoon 2008). Çünkü yeni materyallerin (MTA, biyoseramik veya kalsiyum silikat esaslı materyaller) ve yeni tekniklerin tanıtılması, bu tedavideki başarı oranını yükseltmiştir (Auschill ve ark. 2003; Linu ve ark. 2017). Ancak vital pulpa tedavisinin başarısını pulpa kaplaması için kullanılan materyal kadar hastanın yaşı, ekspoz olan pulpanın boyutu, bakteriyel kontaminasyon olup olmadığı ve son restorasyonun kalitesi de etkilemektedir. Vital pulpa tedavisinin başarılı olmasında ayırıcı tanı koymak ve uygun vaka seçimi çok

önemlidir. Bu nedenle vital pulpa tedavisi endikasyonu koyulmadan önce pulpanın durumu dikkatli bir şekilde değerlendirilmeli ve çoklu testler kullanılarak ayırıcı tanı konulmalıdır (Ingle ve ark. 2008).

2.2. Vital pulpa tedavisinde kullanılan materyaller

Pulpa kaplama biyomateryalleri, derin çürük lezyonlarının uzaklaştırılmasından sonra veya dişlerde meydana gelen travmatik maruziyetten sonra derin kaviteğin tabanında açığa çıkan vital pulpa üzerine koruyucu bir tabaka olarak yerleştirilir (Gandolfi ve ark. 2015). Vital pulpa tedavisi prosedürlerinde, canlı dokularda bulunan ve reperatif potansiyele sahip kök hücrelerin hayatta kalmasını ve çoğalmasını sağlamak için biyoyumlu materyallerin kullanılması gerekmektedir (Spagnuolo ve ark. 2018). Ayrıca vital pulpa tedavisinde kullanılan biyomateryaller biyoaktif özellikler göstermeli, böylece yüzeylerinde hidroksiapatit oluşturmak için kalsiyum ve hidroksit iyonlarını serbest bırakmalı ve dentinin inorganik bileşenine mineral bağlanmasına izin vermelidir (Schmalz ve ark. 2016; Raghavendra ve ark. 2017; Sanz ve ark. 2019).

Araştırmacılar, ideal olarak aşağıdaki özellikleri sergileyecek pulpa kaplama materyalini üretmek için onlarca yıldır çaba sarf etmektedirler (Cohen ve Combe 1994).

- Reperatif dentin oluşumunu indükleyebilmeli
- Pulpa vitalitesini koruyabilmeli
- Sekonder çürükleri önlemek için florür salabilmeli
- Bakterisidal veya bakteriyostatik olmalı
- Dentine bağlanabilmeli
- Üzerine yerleştirilecek olan restoratif materyale bağlanabilmeli
- Restorasyon yerleştirme sırasındaki kuvvetlere direnebilmeli
- Restorasyonun ömrü boyunca restorasyon üzerine gelecek kuvvetlere direnebilmeli
- Steril olmalı
- Radyopak olmalı
- Bakteriyel sızdırmazlık sağlayabilmeli

Pulpa kaplaması için günümüze kadar çok sayıda materyal kullanılmıştır. Ancak şu anda mevcut biyomateryallerin hiçbiri yukarıda bahsedilen özelliklerin tümüne sahip değildir (Roberts ve ark. 2008). Klinik tedavide direkt pulpa kaplaması

için en sık kullanılan materyal, 1921'de diş hekimliğinde kullanım alanı bulan ve birkaç dekattır "altın standart" olarak kabul edilen kalsiyum hidroksittir (Baume ve Holz 1981; Pereira ve ark. 2000).

Kalsiyum hidroksit, çözültide kalsiyum ve hidroksil iyonlarına ayrılan, yüksek alkali pH'a sahip (pH = 11), beyaz, kristal ve az çözünür bazik bir tuzdur. Kalsiyum hidroksit, vital pulpa tedavisinde hem sertleşen salisilat ester simanlarında hem de pat (sulu süspansiyon) formlarında kullanılır (Dammachke ve ark. 2010).

Ca(OH)₂ pulpa dokusuna uygulandığında bakteri penetrasyonunu ve pulpa dokusunun irritasyonunu en aza indiren mükemmel antibakteriyel özelliğe ve reperatif köprü oluşumunu indüklemeye yeteneğine sahiptir (Sawicki ve ark. 2008). Bu materyalin antibakteriyel özelliğini değerlendirmek için yapılan bir çalışmada, kalsiyum hidroksit ile bir saatlik temastan sonra pulpa enfeksiyonlarına bağlı mikroorganizmalarda %100 azalma meydana geldiği bulunmuştur (Stuart ve ark. 1991). Ayrıca kalsiyum hidroksitin alkali pH'ının pulpa dokusuyla temas ettiğinde irritasyona neden olduğu ve pulpa onarımını uyaran kemik morfojenik protein-7 (BMP-7) ve dönüştürücü büyüme faktörü- β 1 (TGF- β 1) gibi dentin içinde sekestre edilen biyoaktif moleküllerin salınımını indüklediği bilinmektedir (Graham ve ark. 2006).

Kalsiyum hidroksitin, pulpa kaplamasından sonra pulpa yüzeyinde iltihaplanma ve nekroza sebep olma, ağız sıvılarında yüksek çözünürlük, zamanla bozulma ve gelecekte mikrofiltrasyona ve tedavinin başarısızlığına neden olabilecek düşük mekanik direnç gibi bazı dezavantajları vardır. (Aeinehchi ve ark. 2003; Nair ve ark. 2008; Nowicka ve ark. 2015). Kalsiyum hidroksitle ilgili olarak belirtilen bir başka eleştiri ise kalsiyum hidroksitin yerleştirildiği bölgede oluşan reperatif dentinde "tünel defektleri" olarak adlandırılan görünümün ortaya çıkmasıdır (Cox ve ark. 1996; Kitasako ve ark. 2008). Tünel defekti, içerisinde bazen fibroblastlar ve kılcak damarların da bulunduğu, ekspoz bölgesinden reperatif dentin yoluyla pulpaya açılan bir defekt olarak tanımlanmıştır (Cox ve ark. 1996).

Yukarıda belirtilen dezavantajların bir sonucu olarak, son yıllarda kalsiyum hidroksite alternatif olarak bir dizi yeni materyal test edilmiştir ve günümüzde pulpa kaplaması için kalsiyum hidroksit esaslı simanların yerini kalsiyum silikat esaslı simanlar almıştır (da Rosa ve ark. 2018; Smaïl-Faugeron ve ark. 2018).

MTA da dahil olmak üzere kalsiyum silikat esaslı simanlar, kendiliğinden sertleşen hidrolik simanlardır (Darvell ve Wu 2011). Kalsiyum silikat esaslı

simanların tozu esas olarak dikalsiyum silikat ve trikalsiyum silikattan oluşur. Toz ve likit kısım karıştırıldıktan sonra Ca(OH)_2 ve kalsiyum silikat hidrat oluşur ve karışım, sonunda sert bir yapıya dönüşen yapışkan bir koloidal jel (kalsiyum silikat hidrat jel) oluşturur (Camilleri 2007; Camilleri 2008). Kalsiyum silikat esaslı simanlar pulpa rejenerasyonu ve pulpa kaplaması, pulpotomi, apeksogenez, apeksifikasyon, perforasyon onarımı ve kök ucu dolgusu gibi endodontik prosedürlerde yaygın olarak kullanılmaktadır (Parirokh ve Torabinejad 2010).

Kalsiyum silikat esaslı bir siman olan MTA, ilk olarak 1993 yılında üretilmiştir (Torabinejad ve ark. 1995). Portland simanının bir türevi olan MTA, trikalsiyum silikat, trikalsiyum oksit, trikalsiyum alüminat, silikat oksit ve radyoopasite için eklenen bizmut oksitten oluşur (Camilleri 2008). Antibakteriyel ve antiinflamatuvar özellikleri nedeniyle iyi biyolojik aktiviteye sahip olan MTA, dental tedavilerde kullanım açısından büyük ilgi görmüştür (Nair ve ark. 2008; Parirokh ve Torabinejad 2010). MTA, kök ucu dolgu materyali olarak piyasaya sürülmesine rağmen vital pulpa tedavisi, perforasyon onarımı, apeksifikasyon ve revaskularizasyon olmak üzere çeşitli uygulamalarda kullanılmaya başlanmıştır (Torabinejad ve ark. 1995). MTA'nın tanıtılması, vital pulpa tedavilerinde yeni bir çığır açmıştır ve çürük nedeniyle pulpası açığa çıkmış dişlerde pulpa kaplamasının kontrendike olduğu algısını değiştirmiştir (Ingle ve ark. 2008).

MTA da dahil olmak üzere kalsiyum silikat esaslı simanlar, hidrasyon ürünü olarak kalsiyum hidroksit üretir (Camilleri 2011). Kalsiyum silikat esaslı materyallerin biyoyumluluğu reaksiyon ürünlerinde Ca(OH)_2 oluşumundan kaynaklandığı için (Camilleri ve Pitt Ford 2006) bu materyallerin vital pulpa tedavilerinde kullanılmaları önerilmiştir (Shayegan ve ark. 2012; Cho ve ark. 2013). Kalsiyum silikat esaslı simanların hidrasyonu sonucu oluşan bu kalsiyum hidroksit, zamanla çözünen saf kalsiyum hidroksitin aksine nispeten stabildir, dentin köprüsü oluşumunu sağlar ve hasarlı pulpa dokusunu kapatabilir (Luketić ve ark. 2008; Nair ve ark. 2008). Ayrıca çalışmalar, vital pulpa tedavilerinde kullanılan kalsiyum silikat esaslı materyallerin, kalsiyum hidroksit ile karşılaştırıldığında daha hızlı şekilde, daha kalın ve daha az gözenekli bir dentin köprüsü oluşturduğunu (Aeinehchi ve ark. 2003) ve tersiyer dentinogenezi daha hızlı desteklediğini göstermektedir (Koubi ve ark. 2013).

Sonuç olarak MTA'nın, yüksek alkali pH'a sahip olması, antibakteriyel ve biyoyumluluk özellikleri, radyopasitesi ve biyoaktif dentin matriks proteinlerinin

salınımını uyarma yeteneđi de dahil olmak üzere birçok avantajı Ca(OH)_2 'in avantajlarıyla karşılaştırılabilir (Camilleri ve Pitt Ford 2006; Camilleri 2008). Ayrıca MTA, iyi sızdırmazlık kabiliyetine ve biyouyumluluđa sahip bir materyal olup (Parirokh ve Torabinejad 2010) basınç dayanımı yüksektir. MTA, bir kez sertleştiginde vücut sıvılarında çözünmez (Khandelwal ve ark. 2015). Simanın su veya kan varlığında sertleşme kabiliyeti (sertleşmesi için nem gerektirir), pulpa gibi nemli bir doku ile temas halinde kullanımını kolaylaştırması da materyalin önemli bir avantajıdır (Nair ve ark. 2008; Parirokh ve Torabinejad 2010).

Bir dizi çalışma, MTA ile gerçekleştirilen vital pulpa tedavilerinde yüksek başarı oranları elde edildiđini bildirmiştir (Kundzina ve ark. 2017; Torabinejad ve ark. 2018). Bu çalışmaların sonuçları MTA'yı kalsiyum hidroksite karşı popüler bir alternatif haline getirmiştir (Camilleri 2008).

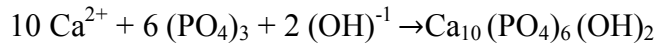
MTA'nın tüm bu avantajlarının yanında kullanıldığı dişte renk deđişikliğine neden olması, tedavinin tek seansta bitirilmesine engel olan uzun sertleşme süresi, manipüle edilmesinin zor olması ve pahalı olması gibi bazı dezavantajları vardır (Parirokh ve Torabinejad 2010). Bu gibi nedenlerden dolayı diş hekimliğinde alternatif materyal arayışları devam etmektedir. Yakın zamanda MTA'nın sınırlamalarına karşı koymak için yeni kalsiyum silikat esaslı materyaller geliştirilmiştir. Kalsiyum silikat esaslı materyallerden biri olan Biodentine, iyi mekanik özelliklerin yanı sıra mükemmel biyouyumluluk ve biyoaktif davranışa sahip gelişmiş bir materyaldir (Gandolfi ve ark. 2017; Rodrigues ve ark. 2017). Ayrıca kısa sertleşme süresine (yaklaşık 12 dakika) sahiptir ve dişlerde renk deđişikliğine neden olmaz (Vallés ve ark. 2015). BIO MTA+ ve BIOfactor MTA da Biodentine ile benzer endikasyonlarla piyasaya sürülen yeni materyallerdir.

2.3 Kalsiyum silikat esaslı materyallerin biyoaktivitesi

Hidroksiapatit [$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, HA], insan sert dokularında, yani diş ve kemiğin yapısında bulunur (Oliveira ve Mansur 2007). Hidroksiapatit, kemiklerin ve dişlerin kütle olarak %30 ila 70'ini oluşturur (Oliveira ve ark. 2013). Hidroksiapatit sert dokularda bulunan inorganik bileşenlere olan kimyasal ve kristalografik benzerlikleri nedeniyle biyomateryal olarak büyük ilgi görmüştür (Coreño A ve ark. 2005). Bu nedenle hidroksiapatit, materyallerin mekanik, fizikokimyasal ve biyolojik özelliklerini geliştirmek amacıyla kök kanal dolgu patlarına (Collares ve ark. 2012), retrograd dolgu materyallerine (Antonijevic ve ark. 2015), kompozitlere (Arcis ve

ark. 2002) ve adeziv rezin sistemlerine (Suzuki ve ark. 2016) ilave edilmiştir. HA'nın trikalsiyum silikat/dikalsiyum silikat simanlara ilavesinin simanın genotoksitesini azalttığı bildirilmiştir (Opačić-Galić ve ark. 2013).

Biyoaktivite, materyalin *in vivo* olarak vücut sıvılarıyla veya *in vitro* olarak simüle edilmiş doku sıvılarıyla temas ettiğinde materyal yüzeyinde apatit benzeri bir tabaka oluşturma yeteneği şeklinde tanımlanır (Hench ve Wilson 1984; Ducheyne ve ark. 1994). Literatüre göre, MTA'nın biyoaktivitesi, fosfat içeren çözelti varlığında hidroksiapatit üretme kabiliyetine bağlanmıştır (Tay ve ark. 2007). Ca^{2+} ve OH iyonları, çözeltinin fosfor iyonlarıyla reaksiyona girdiğinde MTA yüzeyinde aşağıdaki denklemde belirtildiği gibi hidroksiapatit kristalleri birikir.



Ortaya çıkan yüzey hidroksiapatit tabakası, yapı olarak kemik ve dişlerin mineral bileşenlerine benzer (Coleman ve ark. 2007). Apatit yüzey tabakasına sahip materyal, kemikle kimyasal bir bağ ve biyolojik entegrasyon oluşturur (Sarkar ve ark. 2005). Bu biriken hidroksiapatit, canlı hücrelerin bağlanmasını ve çoğalmasını stimüle eder ve hem MTA hem de Portland simanının *in vivo* otojen canlı doku rejenerasyonunu uyarma yeteneğini destekler (Czarnecka ve ark. 2008).

2.4. Biodentine

Biodentine (Septodont Ltd., Fransa) trikalsiyum silikat (Ca_3SiO_5) esaslı yeni bir inorganik simandır. Biodentine, "biyoaktif dentin yedeği" olarak tanıtılmıştır (Rajasekharan ve ark. 2014) ve Portland simanı türevlerine benzer fiziksel ve kimyasal özellikler sergiler (Saghiri ve ark. 2017). Biodentine, gelişmiş fiziksel özelliklere sahip kalsiyum silikatların yüksek biyouyumluluk ve biyoaktivitesini bir araya getirmeyi, böylece maksimum dayanıklılığa sahip homojen ve yoğun bir ürün sunmayı amaçlayarak geliştirilmiştir (Laurent ve ark. 2008; Wang ve ark. 2008; Wongkornchaowalit ve Lertchirakarn 2011; Grech ve ark. 2013).

Biodentine üretici tarafından; derin ve büyük koronal çürük lezyonlarının restorasyonu, pulpa kaplaması ve pulpotomi, kök perforasyonlarının onarımı, furkasyon perforasyonları, internal rezorpsiyon perforasyonları, eksternal rezorpsiyon, apeksifikasyon ve endodontik cerrahide kök ucu dolgusu gibi geniş bir kullanım yelpazesıyla piyasaya sunulmuştur (Septodont 2020).

Biodentine, ideal oranda toz ve likit içeren bir kapsül formunda üretilmiştir. Toz kısmının bileşimi trikalsiyum silikat (ana bileşen), dikalsiyum silikat (ikinci ana

bileşen), kalsiyum oksit, kalsiyum karbonat (dolgu malzemesi) ve zirkonyum oksitten (radyopaklaştırıcı ajan) oluşur. Siman tozu ile karıştırılacak likit kısmı ise iyi bir akışkanlık sağlamak amacıyla kalsiyum klorür (sertleşme süresini azaltır) ve suda çözünür bir polimerden (su indirgeyici ajan) oluşur (Septodont 2020). Suda çözünür polimer, simanın viskozitesini azaltır ve kullanımını kolaylaştırır (Malkondu ve ark. 2014). Karıştırılmış Biodentine'nin kıvamı, çinko fosfat simanının kıvamı ile benzerdir (Nowicka ve ark. 2013). Biodentine materyalini meydana getiren bileşenler bilinmesine rağmen bu bileşenlerin kesin konsantrasyonu üretici tarafından açıklanmamıştır ancak çeşitli araştırmacılar materyali incelemiş ve verileri sunmuştur. Camilleri ve ark. (2013), tarafından yapılan bu çalışma sonucunda Biodentine bileşenlerinin konsantrasyonu ortaya çıkarılmıştır.

Trikalsiyum silikat esaslı dental materyaller MTA'daki Portland simanının aksine laboratuvarında yüksek saflıkta hammaddelerden sentezlenir (Septodont 2020). Septodont, hammaddelerin saflığını kontrol etmek için "Aktif Biyosilikat Teknolojisi" adlı yeni bir teknolojik platform kullandığını belirtmiştir. Doğal trikalsiyum silikatı saflaştırmak yerine saf sentetik trikalsiyum silikat üretmenin avantajlı olduğu düşünülmektedir çünkü mineral içeriği, sinterleme koşulları veya hammaddelerin kimyasal bileşimindeki değişikliklerle değiştirilmez (Camilleri ve ark. 2013). Ayrıca sentetik trikalsiyum silikat, saflaştırılmış doğal trikalsiyum silikatın aksine ağır metaller içermez. Bu durum, ağır element kontaminasyonunun olmadığını gösteren asit ekstraktlarının ve süzülen Biodentine türlerinin analizi ile kanıtlanmıştır (Camilleri ve ark. 2012; Grech ve ark. 2013). Yapılan bir çalışmada saf sentetik trikalsiyum silikat kullanımının, MTA'ya kıyasla Biodentine ve Bioaggregate'in özelliklerini geliştirdiği gösterilmiştir (Camilleri ve ark. 2013).

Biodentine'nin toz ve likit kısmının karıştırılmasıyla başlayan reaksiyon, simanın sertleşmesine ve katılaşmasına neden olur. Toz ve likit kısım karıştırıldıktan hemen sonra kalsiyum silikat parçacıkları su ile reaksiyona girerek Ca^{2+} , OH^- ve silikat iyonları içeren yüksek pH'lı bir çözelti oluşur. Trikalsiyum silikatın hidrasyonu, çimento partikülleri ve kalsiyum hidroksit nükleatları üzerinde hidratlanmış bir kalsiyum silikat jeli oluşumuna yol açar. Zaman geçtikçe, kalsiyum silikat hidratlı jel, katı bir ağ oluşturmak üzere polimerize olur ve çevreleyen ortamın alkalinitesi, kalsiyum hidroksit iyonlarının salınmasına bağlı olarak artar. Dahası, hidratlanmış kalsiyum silikat jeli, reaksiyona girmemiş trikalsiyum silikat partiküllerini çevreler ve nispeten su geçirmez yapısı nedeniyle, diğer reaksiyonların

etkilerinin yavaşlamasına yardımcı olur (Allen ve ark. 2007; Ozbay ve ark. 2014). Yazarlar, kalsiyum karbonatın, çevresinde reaksiyon oluşumuna izin veren bir çekirdek bölgesi olarak davrandığını, böylelikle hidrasyonu artırdığını ve daha yoğun bir mikro yapı ürettiğini iddia etmektedir (Camilleri ve ark. 2013; Grech ve ark. 2013).

Sertleşmiş Biodentine, kalsiyum silikat hidrat matrisine gömülü 5- µm çapında yuvarlak parçacıklardan oluşur. Bu yoğun mikro yapı, gözeneklerin kalsiyum silikat hidrat ve kalsiyum hidroksit ile dolmasından kaynaklanmaktadır (Camilleri 2013). Sertleşmiş Biodentine, trikalsiyum silikat, kalsiyum karbonat, zirkonyum oksit ve kalsiyum hidroksitten oluşur (Grech ve ark. 2013). Biodentine, pulpa ile temas halinde olduğu zaman yoğun bir dentin köprüsü oluşumunu sağlamanın yanı sıra reaksiyoner bir dentin oluşturarak mineralizasyonu destekleyebilir (Luo ve ark. 2014). Bu durum pulpa canlılığını koruyacağı için bu materyali uygun bir dentin yedeği haline getirir (Camilleri 2013). Biodentine şu anda kompozit rezin dolgular altında dentin yedeği olarak kullanılmaktadır ve olumlu klinik sonuçlar göstermektedir (Koubi ve ark. 2013).

Biodentine'in biyouyumlu olduğu gösterilmiştir (Laurent ve ark. 2008). Biodentine üzerinde yapılan biyolojik çalışmalar, bu yeni restoratif materyalin insan dental pulpa hücrelerinden TGF-β1 salgılanmasını indüklediğini (Laurent ve ark. 2012) ve direkt pulpa kaplaması için kabul edilebilir bir materyal olduğunu göstermiştir (Tran ve ark. 2012). Biodentine, olumlu doku cevabı oluşturduğu ve daha kaliteli ve daha fazla miktarda dentin köprüsü oluşumunu stimüle ettiği için pulpa kaplamasında rutin olarak kullanılan kalsiyum hidroksitten daha üstün bulunmuştur (Chacko ve Kurikose 2006). Biodentine fizyolojik solüsyon varlığında komşu kök kanal dentininde Ca ve Si alımına neden olmuştur (Han ve Okiji 2011). Trikalsiyum silikat esaslı materyaller, sentetik doku sıvısı ile temas halinde olduklarında bir hidroksiapatit kaynağı haline gelirler (Tay ve ark. 2007; Han ve ark. 2010; Grech ve ark. 2013).

Biodentine'in çalışma süresi 6 dakikadır. Ayrıca materyalin başlangıç sertleşme süresi 9-12 dakika ve son sertleşme süresi 45 dakikadır (Septodont 2020). Biodentine'in daha kısa sertleşme süresine sahip olması diğer kalsiyum silikat esaslı materyallere kıyasla önemli bir avantajdır (Singh ve ark. 2014). Sertleşme süresindeki bu azalmanın, partiküllerin spesifik yüzey boyutunun artırılması, bir sertleşme hızlandırıcı (kalsiyum klorür) eklenmesi ve sıvı bileşenin azaltılmasıyla

elde edildiđi iddia edilmektedir (Septodont 2020). Biodentine'in daha hızlı sertleşmesi materyalin işleme özelliklerini ve dayanıklılıđını geliştirir (Kaur ve ark. 2017).

Biodentine, yüksek pörozitesi nedeniyle daha yüksek iyon deđiştirme kapasitesine sahiptir (Villat ve ark. 2010). Biodentine'in basınç dayanımı zaman içinde artar (Grech ve ark. 2013) ve dođal dentinin (297 MPa) (Craig ve Peyton 1958) basınç dayanımı aralıđındadır.

2.5. BIO MTA+

BIO MTA+ (Cerkamed, Pawłowski, Polonya) kalsiyum silikat esaslı materyal olarak piyasaya sunulmuştur ve üretici firma, bu materyalin hidroksiapatit içeriđi sayesinde en yüksek biyouyumluluđa sahip MTA olduđunu iddia etmektedir.

BIO MTA + tozu; kalsiyum oksit, hidroksiapatit, oksitleri; silikon, demir, alüminyum, sodyum, potasyum, bizmut, magnezyum, zirkonyum; kalsiyum fosfattan oluşurken likit kısmı distile su ve kalsiyum katalizöründen oluşur. BIO MTA+'nın geleneksel MTA'dan üç kat daha fazla dayanıklılıđa sahip olduđu iddia edilmektedir (Bastawala ve ark. 2020). BIO MTA+'da bulunan yüksek kalsiyum iyonları diř dokusunu remineralize ederken silikon ve kalsiyum bileşikleri ise kök kanal duvarı perforasyonu ve kanal içi rezorpsiyondan sonra doku yenilenmesini destekler.

BIO MTA+'ın üretici tarafından kök kanal duvarı perforasyonlarının tamirinde, kanal içi rezorpsiyonların tamirinde, apikal plug yapılmasında, direkt pulpa kaplaması, pulpa amputasyonu ve kök gelişimi durmuş olan diřlerin tedavisi gibi durumlarda kullanılması önerilmiştir. Ancak üretici firma tarafından BIO MTA+'ın tek başına kalıcı kök kanal dolgusu olarak kullanımının uygun olmadığı bildirilmiştir.

BIO MTA+, toz ve likiti karıştırdıktan sonra son derece plastik ve koheziv bir kıvam sergiler ve enstrümanlarla kolay manipüle edilebilir. Bu özelliđi, geleneksel MTA bileşikleri ile karşılaştırıldığında BIO MTA+ uygulamasını kolaylaştırır. BIO MTA+'ın toz ve likit kısmı karıştırdıktan sonra çalışma zamanının yaklaşık olarak 4 dakika olduđu ve bileşimin sertleşme zamanının ise yaklaşık olarak 2 saat olduđu bildirilmiştir (Cerkamed 2021).

Yeni bir materyal olan BIO MTA+'ın diřlerde meydana getirdiđi renk deđişimini arařtırmak için yakın zamanda bir çalışma yapılmış ve pulpotomi yapılan diřlere MTA Plus, Biodentine ve BIO MTA+ yerleştirilip belirli aralıklarla

spektrofotometre analizi ile dişlerde meydana gelen renk değişimleri analiz edilmiştir. Çalışma sonucunda Biodentine'in, BIO MTA+ ve MTA Plus ile karşılaştırıldığında önemli ölçüde daha az renk değişikliğine neden olduğu görülmüştür (Bastawala ve ark. 2020).

2.6. BIOfactor MTA

Yeni bir MTA türü olan BIOfactor MTA (Imicryl Dental, Konya, Türkiye), pulpa kaplama, pulpotomi, apeksifikasyon, kök ucu dolgusu, apikal plug prosedürleri ve kök perforasyon tamirlerinde kullanılmak üzere kısa süre önce piyasaya sürülmüştür (Öznurhan ve ark. 2020).

BIOfactor MTA'nın toz kısmı, trikalsiyum silikat, dikalsiyum silikat, trikalsiyum alüminat ve yiterbiyum oksitten (radyoopaklaştırıcı ajan) oluşur. Ayrıca materyalin likit kısmı, %1-5 oranında suda çözünür karboksilatlı polimer ve demineralize sudan oluşur.

Üretici, BIOfactor MTA'nın daha kısa sertleşme süresine, hidrasyonun daha hızlı gerçekleşmesi için daha ince toza, daha kolay kullanım özelliklerine, daha güçlü sızdırmazlığa sahip olduğunu ve bizmut oksit içermediği için dişte renk değişikliğine neden olmadığını iddia etmektedir. Yine üretici tarafından bu materyalin, gerçekleştirilecek işlem türüne göre akışkan veya yoğun kıvamda hazırlanabileceği belirtilmiştir. Ayrıca materyal yüksek radyoopasiteye sahiptir ve karıştırma veya yerleştirme için özel ekipman gerektirmez. BIOfactor MTA'nın diğer bir avantajı ise çoğu kalsiyum silikat esaslı materyale göre daha uygun maliyetli olmasıdır.

Perforasyon tamir materyallerinin kök dentinine bağlanması, perforasyon tamirinin en önemli gereksinimlerinden biridir çünkü iyi kapatma sağlamak, dolgu materyali-dentin arayüzünün bütünlüğünü korur ve bu durum endodontik tedavinin genel başarı oranını artırır. Bununla birlikte, kullanılan materyalin türü, dentinle gerçekleşen bağlantının kalitesini doğrudan etkileyebilir. Nispeten yeni bir materyal olan BIOfactor MTA'nın kök kanal dentinine itme bağlanma dayanımını değerlendirmek ve bu sonuçları beyaz MTA-Angelus ve Biodentine ile karşılaştırmak için bir çalışma planlanmış ve incelenen materyallerin itme bağlanma dayanımı değerleri arasında anlamlı farklılık bulunamamıştır (Akbulut ve ark. 2019).

Yeni bir materyal olan BIOfactor MTA'nın süt molar dişlerine yapılan vital pulpotomilerdeki etkinliğini değerlendirmek için bir çalışma yapılmış ve çalışmaya ProRoot MTA da dâhil edilerek iki materyalin sonuçları karşılaştırılmıştır. Bu klinik

çalışmada 6-9 yaşları arasında toplam 12 hasta (24 insan mandibular süt ikinci büyük azı dişi) seçilmiş ve hastalarda kullanılacak olan materyal rastgele belirlenmiştir. Çalışmanın sonucunda pulpotomiden sonra 1., 3. ve 6. aylarda klinik ve radyografik olarak farklılık görülmezken 12. ayda ProRoot MTA'nın klinik değerlendirmede istatistiksel olarak daha iyi sonuçlar gösterdiği bulunmuştur (Öznurhan ve ark. 2020).

Daha önce Biodentine'nin renk değişimi üzerinde birçok çalışma yapılmış olmasına rağmen BIOfactor MTA kullanımında dişte meydana gelebilecek renk değişimi hakkında sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır. Üretici firma BIOfactor MTA'nın dişte renk değişimine neden olmadığını iddia etmektedir. Farklı irrigasyon solüsyonları ile temas eden BIOfactor MTA ve Biodentine'de meydana gelen renk değişikliklerini tespit etmek için bir çalışma planlanmış ve BIOfactor MTA'nın Biodentine'e göre anlamlı derecede daha fazla renk değiştirdiği belirtilmiştir (Atas ve Aras 2021).

Yakın zamanda tamamlanan uzmanlık tezinde, inkübasyon süresinin kalsiyum silikat esaslı materyallerin itme bağlanma dayanımı ve mikrosertlikleri üzerine etkisi değerlendirilmiştir. En yüksek itme bağlanma dayanımının ve mikrosertliğinin Biodentine örneklerinde olduğu, BIOfactor MTA'nın ise ortalama değerler sergilediği bulunmuştur. Ayrıca inkübasyon zamanının Biodentine ve BIOfactor MTA'nın itme bağlanma dayanımını etkilemediği fakat inkübasyon süresi arttıkça tüm materyallerin mikrosertliklerinin arttığı gösterilmiştir (Şimşek 2021).

Shah ve ark. (1996), kök ucu dolgu materyallerinin, radyografilerde kemik, kök ve dentin gibi çevre yapılardan kolayca ayırt edilebilmesi için yeterli radyopaklığa sahip olması gerektiğini öne sürmüştür (Shah ve ark. 1996). Bu amaçla iyodoform, bizmut bileşikleri, zirkonyum dioksit ve baryum sülfat gibi radyopaklaştırıcı bir ajanın materyale dahil edilmesi gerekmektedir (Chen ve ark. 2018).

Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın içeriklerinde farklı tip radyopaklaştırıcı ajanlar kullanılmıştır. İdeal bir radyopaklaştırıcı ajan, kullanıldığı materyale yalnızca gerekli radyoopasiteyi vermeli, inert, kontaminantlardan arındırılmış ve renksiz olmalı, toksik olmamalı ve materyalde minimum miktarda bulunmalıdır (Camilleri ve Gandolfi 2010). Materyallerde radyopaklaştırıcı ajan olarak ne kullanıldığı ve miktarı materyalin fiziksel özelliklerini etkileyebildiği için önemlidir (Neville 1981)

Camilleri (2011), MTA'ya radyopaklaştırıcı ajan olarak eklenen bizmut oksitin (Bi_2O_3) materyalin kalsiyum hidroksit salınımını azalttığını, çözünürlüğü ve pöröziteyi arttırdığını ve materyalin boyutsal stabilitesini değiştirdiğini gözlemlemiştir. Ayrıca Bi_2O_3 içeren Portland simanın, daha uzun sertleşme süresine ve azalmış basma dayanımına sahip olduğu bulunmuştur (Coomaraswamy ve ark. 2007; Camilleri 2008). Yapılan başka bir çalışmada da Bi_2O_3 'ün hücre toksisitesine neden olduğu gösterilmiştir (Gandolfi ve ark. 2010).

Bu dezavantajlarından dolayı Bi_2O_3 'e alternatif olarak farklı radyopaklaştırıcı ajanlar denenmiştir (Duarte ve ark. 2009). Cutajar ve ark. (2011), Portland simanına farklı konsantrasyonlarda zirkonyum oksit (ZrO_2) ekleyerek bir çalışma tasarlamıştır. Yapılan çalışmada %30 ZrO_2 ve Portland siman kombinasyonunun, ProRoot MTA'ya benzer radyopasite, basma dayanımı, sertleşme süresi, su absorpsiyonu ve çözünürlüğe sahip olduğu gözlenmiştir. Camilleri ve ark. (2011), Portland simanına %30 ZrO_2 ilavesinin materyalin pH'ını ve kalsiyum iyonu salınımını artırdığını bulmuştur. Yine yapılan başka bir çalışmada radyopaklaştırıcı ajan olarak ZrO_2 kullanımının MTA'nın fiziksel özelliklerini değiştirmedığı, bu nedenle radyopaklaştırıcı ajan olarak ZrO_2 'in Bi_2O_3 yerine kullanılabilceği gösterilmiştir (Antonijevic ve ark. 2014).

BIOfactor MTA'da radyopaklaştırıcı ajan olarak yiterbiyum oksit kullanılmıştır. Bu radyopaklaştırıcı ajan üzerinde yapılan bir çalışmada, yiterbiyum oksitin materyalin biyoaktif potansiyelini koruduğunun yanı sıra fizikokimyasal ve biyolojik özelliklerini etkilemediği için kalsiyum silikat esaslı simanlar için uygun bir radyopaklaştırıcı ajan olduğu gösterilmiştir (Costa ve ark. 2018).

2.7. Kullanılan simanların karakterizasyonu

Kullanılan materyallerin temel bileşenlerinin belirlenmesi incelenen materyalin fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerinin anlaşılmasına katkıda bulunacağından dolayı önemlidir (Islam ve ark. 2006).

2.7.1 X-ışını kırınım analizi (XRD)

İncelenen materyallerin hidrasyon mekanizmalarını karakterize etmek ve değerlendirmek için mikroskop, element analizi ve faz analizinin bir kombinasyonu kullanılabilir. (Camilleri ve ark. 2013). X-Ray Diffraction olarak bilinen X-ışını

kırınım analizi, materyallerin kristal faz bileşimlerinin tanımlanması ve karakterizasyonu için kullanılan etkili bir yöntemdir (Belío-Reyes ve ark. 2009).

Enerji Dağılımlı X-ışını Analizi (EDX) gibi kimyasal analiz için kullanılan diğer teknikler, bileşik kompozisyonunu göstermeden yalnızca materyal içerisinde bulunan elementler hakkında bilgi verir. XRD, bilinmeyen numunelerde bulunan kristal fazları tanımlar; ancak bu teknik kullanılarak amorf yapılar karakterize edilemez (Camilleri 2008). 2005 yılında yapılan bir çalışmada XRD'nin kristalli bir yapıya sahip olan Portland simanının hidratlanmamış formunun kimyasal analizlerinin yapılmasında faydalı olduğu gösterilmiştir (Camilleri ve ark. 2005). XRD, Portland simanındaki göreceli faz çokluklarını ölçmek için güvenilir, kesin ve tekrarlanabilir bir yöntemdir (Walenta ve Füllmann 2004).

Tekniğin temel prensibi, belirli bir kırınım yoğunluğuna (y eksen) ve belirli bir konumda kırınım açısına sahip bir dizi pikler (Bragg's peaks olarak bilinir) ile karakterize edilen her kristal fazın kırınım paterninin tanımlanmasına dayanır (Pecharsky ve Zavalij 2008; Belío-Reyes ve ark. 2009). Bir karışımın veya bir bileşiğin her bir bileşeni, karışımdaki diğer bileşenlerden bağımsız olarak karakteristik bir kırınım modeline sahiptir. Toz kırınım desenleri genellikle 2θ Bragg açısının bir fonksiyonu olarak dağınık yoğunlukta çizilir. Materyalin kırınım modeli incelenen materyale özgüdür ve bu temele dayanarak o materyalin kalitatif analizini yapmak mümkündür. Bilinmeyen materyallerin kırınım modeli, bilinen materyallerin belgelenmiş kırınım modelleri ile karşılaştırılır. Bilinen materyallerin kırınım modelleri, Uluslararası Kırınım Verileri Merkezi (ICDD) veritabanında bulunan Toz Kırınım Dosyalarında belgelenmiştir (Islam ve ark. 2006). Faz tanımlama, test edilen numunelerin verilerinin, ICDD tarafından sağlanan çok büyük bir standart veri kümesiyle pik noktaları ve nispi yoğunluklar kullanılarak karşılaştırılmasıyla gerçekleştirilir (Pecharsky ve Zavalij 2008; Belío-Reyes ve ark. 2009). XRD kullanılmasının ana dezavantajı ise pik çakışmasının olduğu yerlerde fazların doğrulanmasında yaşanan zorluktur (Rietveld 1969).

2.7.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımlı X-ışını Analizi (EDX)

SEM, materyal mikro yapısının gözlemlenmesine ve yüzeyin görselleştirilmesine izin verir. Ayrıca, EDX ile karakterizasyon, materyallerin temel

yapısı hakkında niteliksel bilgi verir (Camilleri ve ark. 2013). SEM, element analizi için EDX ile birlikte (Camilleri ve ark. 2013; del Carmen Jiménez-Sánchez ve ark. 2019) biyomateryallerin mikro yapısının gözlemlenmesi için yaygın olarak kullanılan bir tekniktir (Arikatla ve ark. 2018; Voicu ve ark. 2019). Ancak SEM analizi için hazırlık prosedürleri (dehidrasyon prosedürleri ve kaplama prosedürleri) zaman alır ve numunelerin yüzey morfolojisini etkileyebilecek ve değiştirebilecek artefaktlar oluşturabilir (Gandolfi ve ark. 2010).

2.8. Fiziksel Özellikler

Bir dental materyalin klinik kullanım için uygun olup olmadığının belirlenmesinde materyalin fizikokimyasal özellikleri kritik bir role sahiptir (Islam ve ark. 2006). Bu nedenle bu uzmanlık tezi çalışmasında Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın mikroyapısı ve fiziksel özellikleri incelenmiştir.

2.8.1. Basma Dayanımı

Basma dayanımı, bir materyalin kırılmadan önce tolere edebileceği en yüksek dikey basınç kuvveti olarak tanımlanır (Van Der Varst ve ark. 1993). Basma dayanımı simanların hidrasyon sürecinin (Torabinejad ve ark. 1995) ve dayanıklılığının bir göstergesidir (Bentz 1997). Basma dayanımı testi siman endüstrisinde siman karışımlarını değerlendirmek için yaygın olarak kullanılmaktadır (Ber ve ark. 2007) ve bu test, simanların sertleşme süreci hakkında değerli bilgiler sağlar (Saghiri ve ark. 2013).

Klinik olarak, kök ucu dolgu materyalleri doğrudan oklüzal basınca maruz kalmaz (Torabinejad ve ark. 1995) ancak kalsiyum silikat esaslı materyallerin vital pulpa tedavileri gibi çeşitli klinik uygulamaları göz önüne alındığında, simanın çığneme kuvvetlerine (Kayahan ve ark. 2013) ve restoratif materyallerin yerleştirilmesi esnasında uygulanan kondensasyon kuvvetlerine dayanabilmeleri için yeterli basınç dayanımına sahip olmaları gereklidir (Basturk ve ark. 2013). Bu kuvvetler materyallerin maksimum sınırını aşarsa, materyalde deformasyon veya kırılma meydana gelebilmekte ve bu durumlar pulpanın canlılığının etkilenmesine neden olabilecek sekonder çürük oluşumu meydana getirerek restorasyonların ömrünü kısaltabilmektedir. Bu nedenle, pulpa kaplama materyallerinin basma dayanımı ve kalınlığı kondensasyon kuvvetlerini veya oklüzal kuvvetleri tolere etmek için yüksek olmalıdır (Pierpont ve ark. 1994). Ayrıca basma dayanımı,

hidrolik kalsiyum silikat esaslı simanların en önemli fiziksel özelliklerinden biri olarak kabul edilmektedir (Boumiz ve ark. 1996).

2.8.2. Sertleşme Süresi

Sertleşme zamanı, dental materyallerin en önemli fiziksel özelliklerinden biri olarak kabul edilir ve bir materyalin mumsu veya sıvı bir kıvamdan katı hale gelmesi için gereken süre olarak tanımlanır (Gandolfi ve ark. 2009).

Sertleşme süresi materyallerin klinik kullanımda tercih edilmesinde önemli faktörlerden biridir (Ber ve ark. 2007). Örneğin uzamış sertleşme süresi, simanın sertleşmesinin tam gerçekleşmediği bu dönemde materyalin şeklini koruyamaması ve üzerine gelecek olan stresleri destekleyememesi gibi klinik sorunlara neden olabilir (Ishikawa ve ark. 1997). Simanların sertleşme süresinin kısa olması, vital pulpa tedavisi prosedürlerinde kullanıldığı durumlarda, geçici restorasyon sızıntısının azaltılması ve daimi restorasyon için ikinci bir seans ihtiyacının ortadan kaldırılması gibi klinik yaklaşımlar için yararlı olabilir (Akbari ve ark. 2013). Ayrıca bu tür simanlar kök ucu dolgu materyali olarak kullanıldığında da sertleşme süresinin kısa olması önemlidir çünkü hızlandırılmış sertleşme süresi simanın yerinden çıkma riski ve kontaminasyon riskini azaltmak açısından avantajlıdır (Camilleri 2008). Ancak sertleşme süresinin kısalması simanın kullanımını da zorlaştırır. Dental materyaller için uygun sertleşme süresi 10-15 dakika olarak kabul edilir (Ber ve ark. 2007).

Simanların sertleşme ve katılaşma reaksiyonları zamanla gerçekleşir ve hidrat bileşenleri arasında bağlantılar oluşturur. Portland ve MTA simanının sertleşme zamanı iki aşamalıdır. İlk olarak toz ve likit kısım karıştırıldıktan sonra silikatlara daldırma reaksiyonu başlar, kalsiyum silikat hidratları içeren bir jel oluşur ve kalsiyum hidroksit açığa çıkar. Bir sonraki adımda, kalsiyum hidroksit yavaş yavaş diğer minerallerle reaksiyona girer ve diğer hidratlı bileşikler oluşturulur. Kalsiyum silikat, kristal kalsiyum hidroksitin bağlanmasındaki ana faktördür. Trikalsiyum alüminat simanın sertleşmesinde önemli bir rol oynar. (Asgary ve ark. 2005; Ber ve ark. 2007; Bortoluzzi ve ark. 2009).

Simanların sertleşme sürelerini test etmek için girinti testleri ve reometrik ölçümler kullanılabilir. Girinti testleri, simanların sertleşme özelliklerini analiz etmek için yaygın olarak kullanılan analizlerden birisidir. Bu testler, sertleşmiş

materyalin standartlaştırılmış bir ağırlıktan girintiye yeterli dirence sahip olduğu noktayı değerlendirir (Ha ve ark. 2016). Şu anda MTA'nın sertleşme süresini değerlendirmek için kullanılan International Organization for Standardization (ISO) yöntemleri, yani ISO 6876 ve ISO 9917-1, sırasıyla endodontik patları ve dental restoratif materyalleri test etmek için tanımlanmıştır. Her iki standart testte de sertleşme süresini değerlendirmek için kullanılan yöntem, sertleşen siman üzerine dikey olarak ağırlıklı dairesel bir iğnenin (Gillmore iğnesi) yerleştirilmesini içerir. İğne dairesel bir girinti bırakırsa siman sertleşmemiş olarak kabul edilir. İğne dairesel bir girinti bırakmazsa, simanın sertleştiği varsayılır (ISO 9917-1 2007; ISO 6876 2012). Gillmore iğne testi olarak da bilinen American Society for Testing and Materials (ASTM) C 266, ISO 6876'ya benzer bir girinti basıncı kullanarak başlangıç sertleşmesini tanımlarken, ISO 9917-1'e benzer bir girinti basıncıyla son sertleşme süresini tanımlar (ASTM-C266-08 2008). Aynı materyal üzerine farklı girinti testleri uygulamak oldukça farklı sonuçlar doğurabilir (Ha ve ark. 2016).

2.8.3. Çözünürlük

Boyutsal stabilite, doku sıvılarında çözünmezlik ve sızdırmazlık yeteneği, bir kök ucu dolgu materyalinde bulunması gereken ideal özelliklerdir (Orosco ve ark. 2010). Çözünürlük, diş hekimliğinde restoratif materyal olarak kullanılacak materyallerin uygunluğunun değerlendirilmesinde önemli bir faktördür (Torabinejad ve ark. 1995). Endodontik ve restoratif materyaller uzun süreli bir sızdırmazlık sağlamalı ve ağız boşluğundan ve/veya periapikal dokudan sızıntıyı önlemelidir (Kaup ve ark. 2015).

Bir materyalin çözünürlüğü, suya daldırma periyodu sırasında materyalde meydana gelen kütle kaybı olarak tanımlanmaktadır (Carvalho-Junior ve ark. 2007). Çözünürlük testi, genellikle standart testlerle analiz edilir ve materyallerin davranışının analizi için suya daldırmada 24 saatlik süreyi kullanır. Bu teste göre, her numunenin ağırlık kaybı (çözünürlük), orijinal kütlede yüzdesi olarak ifade edilir ve ideali %3'ten küçük bir değerdir (Espir ve ark. 2016). Çözünürlüğü daha yüksek olan materyaller irrite edici maddeler açığa çıkarabilir ve bu durum sızıntı ve bakteri kolonizasyonu riskini artırabilir (Flores ve ark. 2011). Öte yandan, sertleşme sırasında kalsiyum hidroksit veya kalsiyum oksit üreten kalsiyum silikat esaslı materyallerin, vital doku ile temas halinde mineralizasyon sürecini iyileştirmek için

belirli bir derecede çözünürlük sunması gerektiği de akılda tutulmalıdır (Torabinejad ve ark. 1993).

2.8.4. Boyutsal deęişiklik

Boyutsal deęişiklik, materyal sertleştikten sonra materyalde meydana gelen büzülme veya genişmeyi ifade eder. Bir materyalin boyutsal stabilitesi, kaviteye olan adaptasyonunu geliştirmek ve sızıntıyı önlemek için yeterli olmalıdır. Materyalde meydana gelen hafif genişme materyalin kavite duvarlarına adaptasyonuna katkıda bulunur (Camilleri ve ark. 2014) ve bu durum mikro sızıntıyı azaltma potansiyeli ile materyal ile dentin arasındaki sızdırmazlığı geliştirecektir. Bununla birlikte, su materyal içinde emildikçe, artan su seviyeleri kullanılan materyalin gözenekliliğini artıracığından, materyalin kendi içinde sızıntı riski artacaktır. Ayrıca kök ucu dolgu materyalinde meydana gelen aşırı genişleme kökte kırık oluşma riskinin artmasına da neden olabilir (Camilleri 2008). Materyalde sertleşme sırasında meydana gelen aşırı büzülme veya genişme sızıntıya, marjinal bütünlük eksikliğine veya kök kanal duvarlarında çatlaklara neden olabilir (Camilleri ve ark. 2014).

2.8.5. Yüzey pürüzlülüęü

Yüzey pürüzlülüęü, materyallerin yüzey dokusunun bir bileşenidir. Aynı zamanda yüzeyin ideal düz bir yüzeyden dikey (pozitif veya negatif) sapmalarının ölçüsüdür (Aksel ve ark. 2018). Önceki çalışmalar, pürüzlü bir yüzeyin, materyal-hücre etkileşimlerini artırarak hücrelerin bağlanmasını ve çoęalmasını destekleyebildiğini göstermiştir (Shi ve ark. 2012; Attik ve ark. 2014). Bununla birlikte, aşırı yüzey pürüzlülüęü materyallerin dayanıklılığı ve sızdırmazlığı üzerinde olumsuz bir etkiye de sahip olabilir (Aksel ve ark. 2018) ve farklı oral koşullar, materyallerin yüzey özelliklerini etkileyebilir (Camilleri ve ark. 2013).

Materyallerin yüzey pürüzlülüęünün ölçülmesinde çeşitli yöntemler kullanılabilir; stylus profilometresi, bilgisayarlı pürüzlülük test cihazı, atomik kuvvet mikroskobu (Ari ve ark. 2004; Tholt ve ark. 2006) veya cıva intrüzyon porozimetresi (Camilleri ve ark. 2014). Bu tez çalışmasında materyallerin yüzey pürüzlülüęünün ölçülmesinde optik profilometre kullanılmıştır. Optik profilometre, ölçüm sırasında incelenen materyale zarar vermeden materyallerin yüzey özelliklerine ilişkin

bilgilerin bilgisayar tabanlı üç boyutlu (3D) bir ölçümünü elde eder (Smith ve ark. 2007).



3. GEREÇ VE YÖNTEM

Çalışmamızın deneyleri Necmettin Erbakan Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Araştırma Laboratuvarı, Necmettin Erbakan Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi ve Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde gerçekleştirildi. Bu tez çalışması sadece materyaller üzerinde gerçekleştirildiği için etik onayı gerektirmemektedir.

3.1. Çalışmamızda kullanılan kalsiyum silikat esaslı materyaller

Çalışmamızda kalsiyum silikat esaslı materyallerden olan Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA kullanılmıştır (Şekil 3.1.1., Şekil 3.1.2., Şekil 3.1.3.). Kullanılan materyallerin içerikleri Tablo 3.1.1.'de verilmiştir.

Tablo 3.1.1. Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın içerikleri

MATERYAL	İÇERİK
Biodentine	Toz: trikalsiyum silikat (ana bileşen), kalsiyum karbonat (dolgu malzemesi), zirkonyum oksit (radyo-opaklaştırıcı), dikalsiyum silikat, kalsiyum oksit, demir oksit Likit: suda çözünebilen bir polimerin (su indirgeme ajanı) kalsiyum klorür içeren sulu çözeltisi
BIO MTA+	Toz: kalsiyum oksit, hidroksiapatit, oksitleri; silikon, demir, alüminyum, sodyum, potasyum, bizmut, magnezyum, zirkonyum; kalsiyum fosfat. Likit: distile su, kalsiyum katalizörü.
BIOfactor MTA	Toz: Trikalsiyum silikat, dikalsiyum silikat ve trikalsiyum alüminat, kalsiyum sülfat hemihidrat. Radyopasite için yittriyum oksit. Dişte renklenmeye neden olduğu için bizmut içermez. Likit: Demineralize su, Jelleşme etkisi ve reoloji için %1-5 suda çözünür polimer.



Şekil 3.1.1. Biodentine ve yeni karıştırılmış Biodentine



Şekil 3.1.2. BIO MTA+ ve yeni karıştırılmış BIO MTA+



Şekil 3.1.3. BIOfactor MTA ve yeni karıştırılmış BIOfactor MTA

3.2. X ışını kırınım analizi

Faz analizi, test edilen materyallerin toz formları üzerinde gerçekleştirildi. Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın toz kısımları x ışını tutucusuna yerleştirildi ve homojen bir yüzey sağlamak için bir cam lam ile paketlenildi. Difraktometrede (Panalytical Empyrean) Ni-filtreli Cu K α radyasyonu ve 45 Kv ve 40 mA parametreleri kullanıldı (Şekil 3.2.1.) Taramalar 5°-60° 2 θ aralığında gerçekleştirilirken, adım aralığı 0,01° olacak şekilde ayarlandı. Faz tanımlama, HighScore Plus programı kullanılarak gerçekleştirildi.



Şekil 3.2.1. X ışını kırınım difraktometresi (Panalytical Empyrean)

3.3. Taramalı Elektron Mikroskobu analizi

Bio MTA+ numuneleri üreticinin talimatları doğrultusunda 0,14 gr toz ve 2 damla likitin karıştırılmasıyla elde edildi. BIOfactor MTA numuneleri ise yine üreticinin talimatları doğrultusunda 0,1 gr toz ve 2 damla likitin karıştırılmasıyla elde edildi. Biodentine'in hazırlanması için, temin edilen likitin 5 damlası, plastik kapsül içerisinde bulunan 0,7 gr toz üzerine eklendi ve daha sonra amalgamatörde 4200 rpm'de 30 saniye mekanik olarak karıştırıldı.

Üreticinin talimatları doğrultusunda karıştırılan materyallerden 6 mm çapında ve 2 mm yüksekliğinde numuneler hazırlandı ve örnekler 37°C'de 7 gün boyunca inkübe edildi. İncelenecek olan numunelerin yüzeyi altın / paladyum ile kaplandı. Ardından Necmettin Erbakan Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde bulunan Hitachi SU-1510 (Hitachi HighTechnologies Corp., Tokyo, Japonya) cihazı kullanılarak SEM analizleri gerçekleştirildi (Şekil 3.3.1.). Materyallerin yüzey morfolojisi 5000×, 2500×, 1000×, 500× büyütme altında incelendi. SEM analizleri her materyal grubundan ikişer örnek kullanılarak gerçekleştirildi.



Şekil 3.3.1. Taramalı Elektron Mikroskobu

3.4. Enerji dağılımlı X ışını analizi (EDX)

Üreticinin talimatları doğrultusunda karıştırılan materyallerden 6 mm çapında ve 2 mm yüksekliğinde numuneler hazırlandı. Örnekler 37°C'de 7 gün boyunca inkübe edildi. EDX analizleri, SEM analizi için hazırlanan numunelerden rastgele seçilen birer örnek kullanılarak gerçekleştirildi. Numunelerin yüzeyi altın / paladyum ile kaplandı ve yüzeydeki sodyum, karbon, klor, kalsiyum, potasyum, fosfor, oksijen ve silikon elementlerinin miktarını değerlendirmek amacıyla örneklerin rastgele seçilen üç farklı bölgesinden EDX analizi gerçekleştirildi. Elde edilen değerlerin ortalaması alındı.

3.5. Basma Dayanımı Testi

Biodentine, BIOfactor MTA ve BIO MTA+ üreticinin talimatları doğrultusunda karıştırıldı ve ISO 9917-1:2007'e göre 4 mm çapında ve 6 mm yüksekliğinde hazırlanan teflon kalıplara yerleştirildi (Şekil 3.5.1.). Materyaller kalıp içine sıkıca kondanse edildi, fazla materyal siman spatülü kullanılarak uzaklaştırıldı ve numune yüzeylerinin düz olması sağlandı. Karıştırıldıktan en geç 2 dakika sonra, karıştırılan tüm materyallerin kalıplara yerleştirilmiş olmasına dikkat edildi. Her materyalden 15 adet olmak üzere toplam 45 adet numune elde edildi. Üç saat sonra numuneler teflon kalıplardan dikkatlice çıkarıldı, boşluklar açısından incelendi ve kusurlu tüm numuneler atıldı.



Şekil 3.5.1. Basma dayanımı testinde kullanılan teflon kalıp ve 4 mm çapında-6 mm yüksekliğinde hazırlanan numune

Silindir şeklinde hazırlanan örnekler inkübatör içerisinde %100 nemli ortamda, 37°C’de 7 gün boyunca bekletildi (Şekil 3.5.2.). Basma dayanımı testi uygulanmadan 15 dakika önce siman örnekleri distile su içerisinde (23±1)°C oda sıcaklığında bekletildi. Daha sonra numunelerdeki fazla su, bir kurulama kağıdı kullanılarak alındı. Basma dayanım testi universal test cihazı (Besmak, Bursa, Türkiye) kullanılarak, siman örneklerinin uzun eksenini boyunca 1 mm/dk hızla kuvvet uygulanarak test edildi (Şekil 3.5.3.). Her bir örneği kırmak için gerekli olan maksimum yük, yazılım programı aracılığıyla belirlendi ve megapaskal (MPa) cinsinden kaydedildi. Materyalin en son basma dayanımı aşağıdaki formüle göre hesaplandı;

$$k = 4F / \pi d^2$$

k = Basma dayanımı (megapaskal)

F = Kırılmadan önceki maksimum yük kuvveti (Newton)

d = Numunenin ortalama çapı (milimetre)



Şekil 3.5.2. Tez çalışmamızda kullanılan inkübatör



Şekil 3.5.3. Basma dayanımı testinin uygulanması

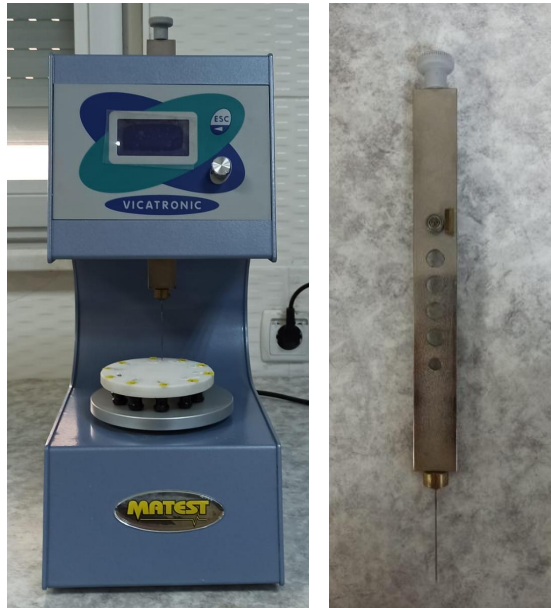
3.6. Sertleşme Süresinin Tayini

Materyallerin çalışma ve sertleşme sürelerinin belirlenmesi gerinim kontrollü reometre kullanılarak kullanılarak gerçekleştirildi (Ha ve ark. 2016; Ha ve ark. 2017). Bu ölçümler için Eskişehir Seramik Araştırma Laboratuvarı'ndan hizmet alımı yapıldı. Üreticinin talimatları doğrultusunda hazırlanan numuneler, 0,5 mm aralıklı 25 mm çapında zımpara kağıdı ile kaplı iki paralel plaka arasına yerleştirildi. Alt plaka, 38°C'lik bir sıcaklıkta muhafaza edildi. Sıcaklığı sabit tutmak ve %100 bağıl nemi korumak için kapalı bir oda kullanıldı. Reometre koşulları saniyede 1 radyan salınım frekansı ve %0,02 uygulanan gerilim ile salınımlı (sinüzoidal) modda çalışıyordu (Şekil 3.6.1.). Bu koşullar altında, uygulanan gerinim, reometre kullanılarak simanlar üzerinde bir gerinim taraması gerçekleştirerek oluşturulan, materyalin yapısını değiştirmek için gerekli olandan daha azdı (yaklaşık % 0,05) (Ha ve ark. 2016). Tüm materyaller bu koşullar altında test edildi ancak ölçümlerden sonuç elde edilemedi. Elde edilen grafiklerde girinti sayısı çok fazlaydı ve sertleşme süresinin tayini için reometrenin sağlıklı ölçümler vermediği görüldü. Reometre ölçümlerinden sonuç elde edilememesi nedeniyle sertleşme süresinin belirlenmesi için reometre ölçümüne alternatif bir yöntem olan girinti testi kullanıldı.

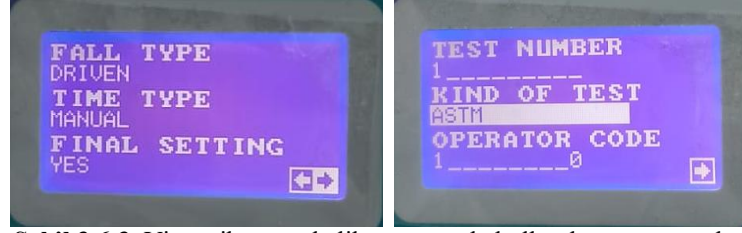


Şekil 3.6.1. Reometre

Materyallerin sertleşme süresi testi, ISO Standardı 6876:2012 esas alınarak gerçekleştirildi (ISO-6876 2012). Sertleşme süresi otomatik Vicat cihazı kullanılarak ölçüldü (Şekil 3.6.2.). Ölçümlere başlamadan cihaz ve iğne; iğnenin batma derinliği, iğnenin iniş süresi ve iniş şekli parametreleri cihaza kaydedildi (Şekil 3.6.3.). İğnenin maksimum batma derinliği 2 mm olarak belirlendi. İğnenin iniş aralığı yani sertleşme süresinin ölçüm aralığı ise başlangıç sertleşme zamanına kadar her dakika için 1 ölçüm olacak şekilde, başlangıç sertleşme zamanından sonra ise her 3 dakikada 1 ölçüm olacak şekilde ayarlandı. 300 gr ağırlıkta $1,0 \pm 0,2$ mm çapında olan otomatik Vicat iğnesi “sürümlü mod” seçilerek ayarlandı.



Şekil 3.6.2. Otomatik vicat cihazı ve vicat iğnesi



Şekil 3.6.3. Vicat cihazının kalibrasyonunda kullanılan parametreler

Materyaller daha önce belirtildiği şekilde üreticinin talimatları doğrultusunda hazırlandı ve 8 mm çapında ve 2 mm yüksekliğinde hazırlanan teflon kalıplara yerleştirildi. Hazırlanan materyallerin yüzeyi siman spatülü ile düzleştirildi ve düz bir yüzey elde edildikten sonra başlangıç ve son sertleşme süresinin test edilmesine başlandı. Materyaller kalıplara yerleştirilip üzeri siman spatülü ile düzeltildikten sonra otomatik Vicat iğnesi materyalin yüzeyine dikey olarak indirildi ve 5 saniye orada kalmasına izin verildi (Ndong ve ark. 2012; Kulan ve ark. 2016).

Otomatik Vicat iğnesinin simanın karıştırıldığı andan siman içerisinde tam derinliğe (2 mm) inemediği ana kadar geçen süre başlangıç sertleşme süresi olarak kaydedildi (Justnes ve Nygaard 1995). Alınan ölçümler sırasında otomatik Vicat iğnesinin ucu siman artığı kalmaması amacıyla her batma işleminin ardından basınç uygulamadan temizlendi.

Son sertleşme süresi de siman karıştırıldığı andan itibaren paslanmaz çelik kalıbın üst yüzeyinde 1 mm'den daha az girinti oluşturana kadar geçen süre olarak kaydedildi (Hsieh ve ark. 2009). Batma işlemleri sırasında 1 mm'den az derinlik alındığında, 90 sn içerisinde ek iki ölçüm daha alınarak test sonlandırıldı. Sertleşme süresi testi oda sıcaklığında ($23\pm 2^{\circ}\text{C}$) gerçekleştirildi ve test her deney grubu için 5 kere tekrarlandı.

3.7. Çözünürlük Testi

Carvalho-Junior ve ark. küçük boyutta hazırlanan örneklerin kök dolgu materyallerinin çözünürlüğünü test etmek için uygulanabilir bir alternatif olduğunu bildirmiştir (Carvalho-Junior ve ark. 2007). Bundan yola çıkarak çözünürlüğün test edilmesi için 2 mm yüksekliğinde ve 8 mm çapında yuvarlak teflon kalıplar kullanıldı (Alazrag ve ark. 2020). Kalıplar üreticinin talimatlarına göre hazırlanan materyallerle fazlasıyla dolduruldu. Bir selofan filmle kaplanmış başka bir cam plaka, fazla materyalleri çıkarmak için kalıpların üzerine hafifçe yerleştirildi. Hazırlanan örnekler inkübatör içerisinde 24 saat süreyle %100 nemli ortamda

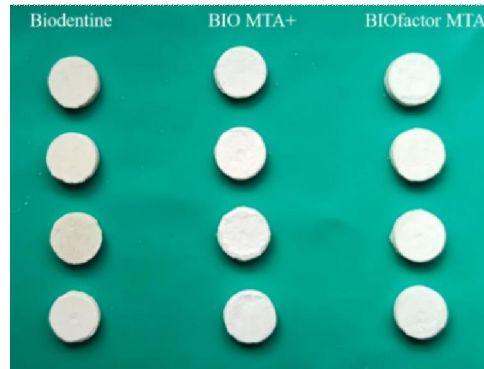
37°C’de bekletildikten sonra kalıplardan uzaklaştırıldı ve ardından hassas terazide (Radwag PS 510.R1) her biri 0,0001 g hassasiyetle 3 kez tartıldı (Şekil 3.7.1., Şekil 3.7.2.). Tartım değerlerinin ortalaması hesaplandı ve bu değer ilk kütle (W_0) olarak kaydedildi. Her örnek ayrı ayrı plastik kaplara koyuldu ve 50 mL distile su eklendi. Kabin ağzı kapatıldı ve örnekler 37°C’de saklandı. Her test periyodundan önce (1,7,30 gün) örnekler çıkarıldı, distile su ile durulandı, kurutma kağıdı ile kurulandı. Örnekler 24 saat desikatöre konuldu, ardından yeniden tartıldı ve son kütle (W_1) olarak kaydedildi. Tartıldıktan sonra her disk aynı kaba geri konuldu. Test periyotları sırasında kaplardaki su değiştirilmedi ve herhangi bir ilave yapılmadı (Torabinejad ve ark. 1995). Kütledeki kayıp veya artış, orijinal kütlelerin yüzdesi (çözünürlük) olarak aşağıdaki formülle ifade edildi.

$$\text{Ağırlık kaybı \%} = (W_0 - W_1 / W_0) \times 100$$



Şekil 3.7.1. Tez çalışmamızda numunelerin kütlelerinin ölçülmesi için kullanılan hassas terazi

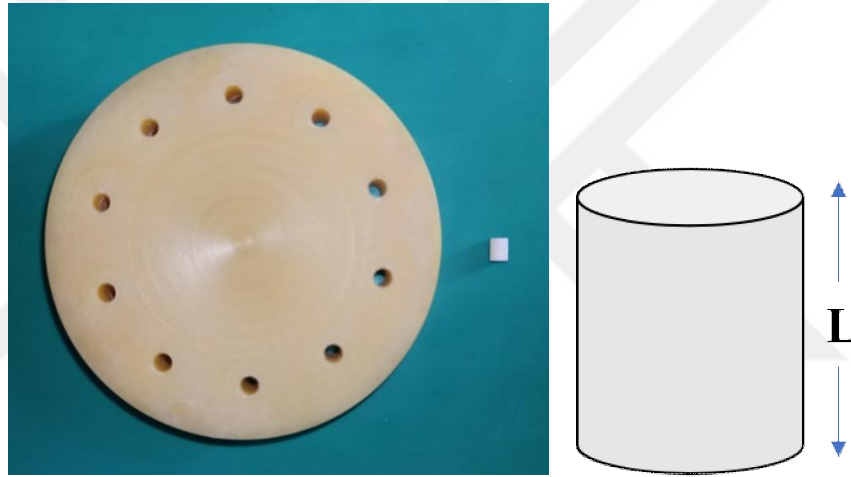
Çözünürlük testi, her materyal için dört kez gerçekleştirildi ve sonuçların ortalama değeri çözünürlük olarak kaydedildi. Tüm ölçümler için aynı analitik terazi (doğruluk 0,0001 g) kullanıldı. Tüm uygulamalar tek bir operatör tarafından gerçekleştirildi ve hazırlanan örneklerde hava boşluklarının oluşmamasına özen gösterildi.



Şekil 3.7.2. Materyallerin çözünürlüklerinin belirlenmesi için hazırlanan numuneler

3.8. Boyutsal deęişim testi

Yapılan bir alıřmada daha kk boyutta hazırlanan rneklerin test edilen yntemlerin doęruluęunu etkilemedięi gsterilmiřtir. Yine bu alıřma 3,58 mm ykseklik ve 3 mm apında teflon kalıp kullanılarak yapılan boyutsal deęişim testlerinin, standart test numunesi ile karřılařtırıldıęında gerekli materyal hacminde %92,5 oranında azalma saęladıęı gsterdięi iin (Sousa-Neto ve ark. 1999) alıřmamızda daha kk boyutta rnekler kullanıldı. Boyutsal deęişimin belirlenmesi iin kullanacaęımız dijital kumpasın lm hassasiyeti 1 mm olduęu iin 3 mm apında ve 4 mm ykseklięinde rnekler kullanıldı (řekil 3.8.1.). Her materyal iin 8'er rnek hazırlandı ve boyutsal deęişimin deęerlendirilmesi 24 saat ve 30 gn sonunda gerekleřtirildi.



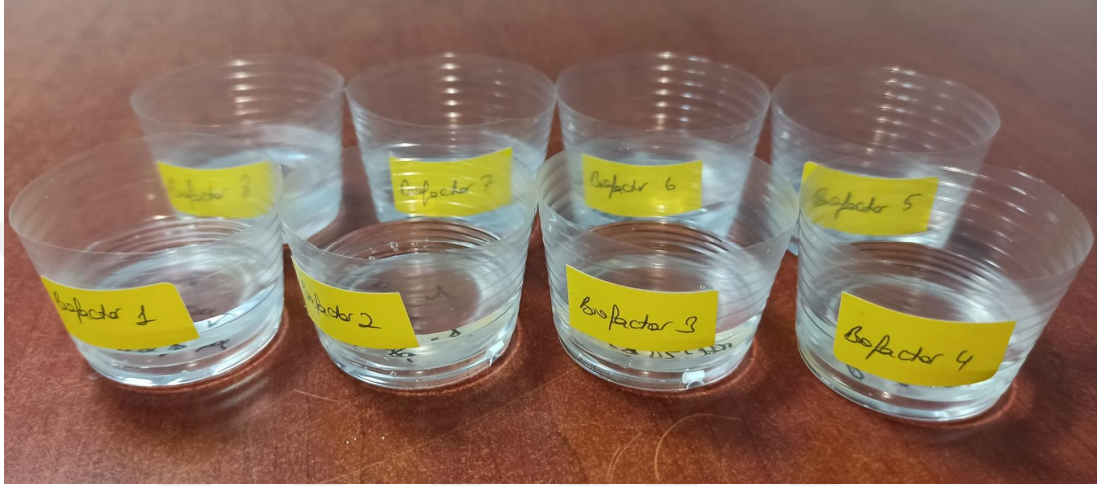
řekil 3.8.1. Boyutsal deęişim testinde kullanılan teflon kalıp ve elde edilen siman rneęi

Teflon kalıplar reticinin talimatlarına gre hazırlanan simanlar ile dolduruldu ve her kalıbın stne yine selofan filmle kaplanmış bařka bir cam levha yerleřtirildi. Ardından her materyal, sertleřmesinin tamamlanması iin $37\pm 1^\circ\text{C}$ 'de %95 baęıl nemde 24 saat inkbatrde bekletildi. Daha sonra sertleřmesi tamamlanan rnekler kalıptan ıkarıldı ve dijital kumpas ile rneklerin uzunlukları lld (L) (řekil 3.8.2.). lmden hemen sonra, numuneler 20 mL distile su ieren ayrı kaplara yerleřtirildi ve grup ve rnek numarasıyla tanımlandı (řekil 3.8.3.). rnekler 24 saat (L_{24} saat) veya 30 gn (L_{30} gn) iin $37\pm 1^\circ\text{C}$ 'de saklandı. Deney srelerinin sonunda rnekler sudan ıkarıldı, kurulandı, rneklerin boyu (L_{final}) yeniden lld. Boyutsal deęişiklięin yzdesi (D) ařaęıda yazan forml kullanılarak hesaplandı (Carvalho-Jnior ve ark. 2003).

$$D = [(L_{\text{final}} - L) / L] \times 100$$



Şekil 3.8.2. Elde edilen numunelerin dijital kumpas ile ölçümü



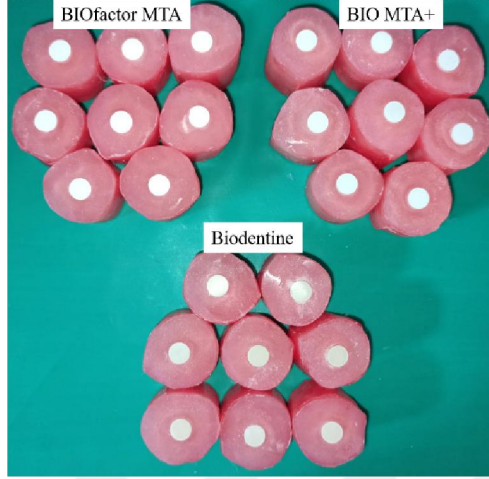
Şekil 3.8.3. Distile su içerisinde bekletilen numuneler

3.9. Yüzey Pürüzlülüğü Testi

Daha önce belirtilen şekilde karıştırılan materyaller 6 ± 0.1 mm çapında ve 2 ± 0.1 mm yüksekliğindeki silindirik teflon kalıba aşamalı olarak yerleştirildi. Kalıplar fazlasıyla dolduruldu, fazla materyal siman spatülü kullanılarak uzaklaştırıldı ve örneklerin yüzyelerinin düz olması sağlandı. Materyaller karıştırıldıktan en geç 2 dakika sonra karıştırılan tüm materyallerin kalıplara yerleştirilmiş olmasına dikkat edildi. Her deney materyalinden 8 adet olmak üzere toplam 24 adet örnek hazırlandı. Operatörler arası tutarsızlıkları önlemek için materyaller aynı operatör tarafından hazırlandı.

Hazırlanan örnekler 37°C 'de ve %95 bağıl nemde 24 saat inkübatörde saklandı. Daha sonra kalıplardan çıkarıldı ve materyallerin yüzeyinin daha rahat polisaj yapılabilmesini sağlamak için hazırlanan örnekler silindirik akrilik kalıplar içerisine gömüldü. Hazırlanan örnekler akrilik kalıplara gömülürken örneklerin üst yüzyelerinin açıkta bırakılmasına özen gösterildi (Şekil 3.9.1.). Daha sonra örneklerin yüzeyi düz cilalı yüzyeler oluşturmak için 1200 gritli zımpara kullanılarak

otomatik bir polisaj makinesi ile parlatıldı. Cilalı yüzeyler 10 ml deiyonize su ile durulandı ve 5 saniye yağsız hava ile kurutuldu. Yüzey pürüzlülüğü analizi için yapılacak ölçümler her numune için yedinci günde gerçekleştirildi.



Şekil 3.9.1. Akrilik kalıplar içerisinde gömülen örnekler

Her numunenin yüzeyi, bir 3D optik profilometre kullanılarak tarandı ve her ölçüm öncesi profilometre cihazı kalibre edildi (Şekil 3.9.2.). Görüntü çözünürlüğü 553 x 484 pikseldi. Her materyalin 3 boyutlu yüzey pürüzlülüğünün ortalaması, görüntü analiz yazılımı kullanılarak analiz edildi. Bunu yapmak için her materyalin üç farklı bölümünden 500 μm x 500 μm kare alanlar seçildi ve üç ölçümün aritmetik ortalaması alındı. Bu değer o örneğin ortalama yüzey pürüzlülük değeri olarak kaydedildi. Ortalama pürüzlülük (R_a) materyallerin yüzey özelliklerini belirlemek için en çok kullanılan pürüzlülük parametresidir. R_a , ortalama pürüzlülüğü temsil eder ve yüzey noktalarının ortalama düzlemden mutlak uzaklıklarının aritmetik ortalamasıdır.



Şekil 3.9.2. Optik profilometre cihazı

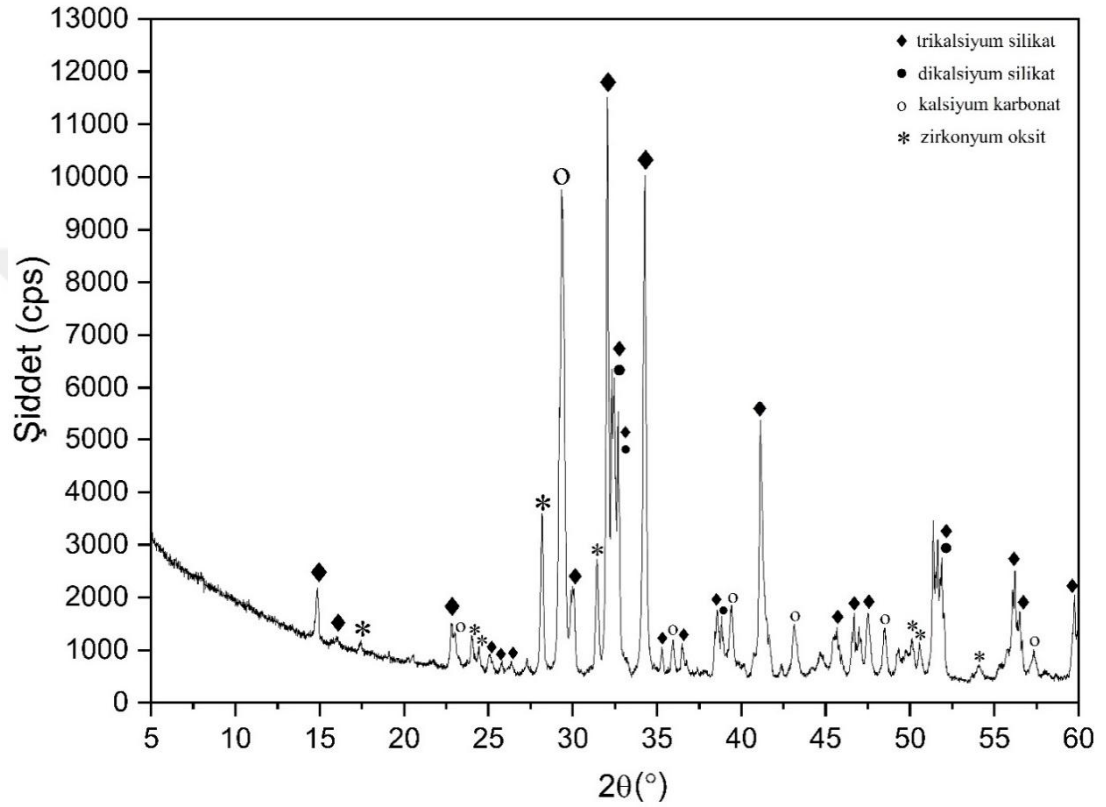
3.10. İstatistiksel Deęerlendirme

Çalıřmada elde edilen bulguların istatistiksel analizlerinin gerekleřtirilmesi iin IBM SPSS Statistics 23.0 (IBM Corp., Armonk, N.Y., USA) paket programı kullanıldı. Çalıřma kapsamında deęerlendirilen verilerin normal daęılıma uygunluęu Shapiro Wilk testi ile deęerlendirildi ve daęılımın normal olmadıęı grld. Basma dayanımı, boyutsal deęiřim yzdesi, yzey przllę, çznrlk ve sertleřme sresi bakımından materyallerin genel karřılařtırması iin non-parametrik Kruskal Wallis testi uygulandı. Anlamlı farklılık olduęu belirlenen deęerlerde ikili karřılařtırmalar iin Mann-Whitney U testi uygulandı. Boyutsal deęiřim yzdesi, çznrlk ve sertleřme sresinin zamana dayalı karřılařtırması iin Wilcoxon Signed Rank testi uygulandı. Çalıřma kapsamında anlamlılık dzeyi 0,05 olarak belirlendi.

4. BULGULAR

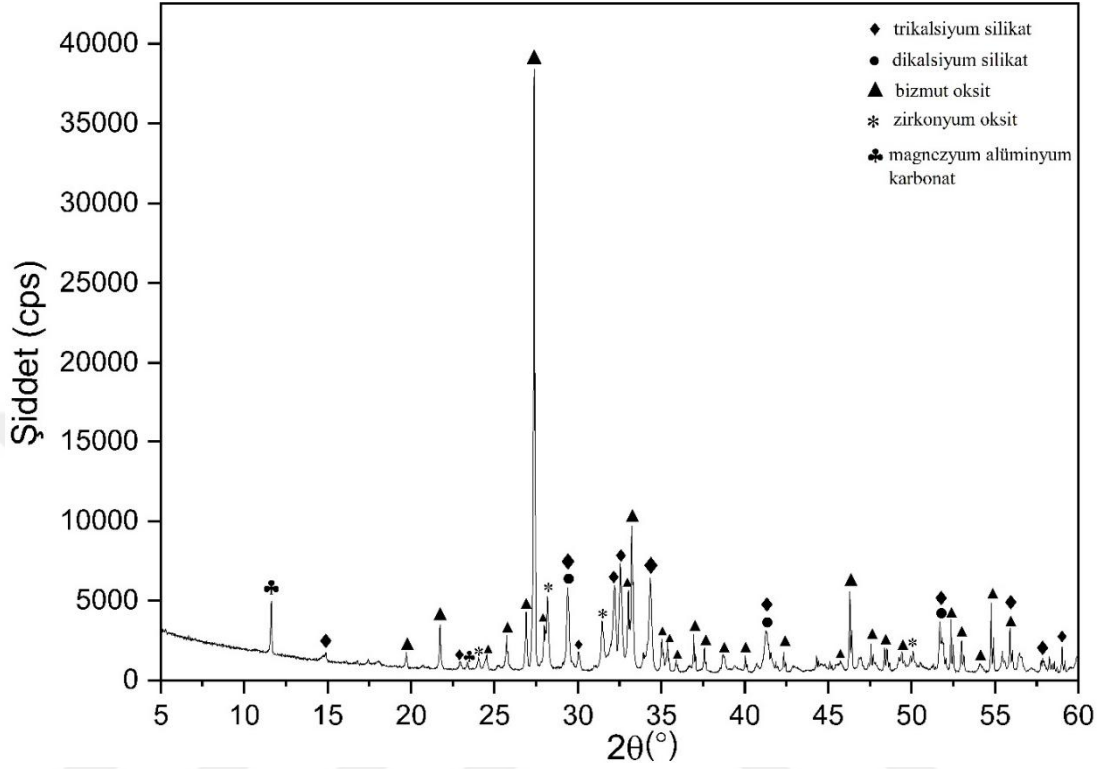
4.1. XRD Analizi Bulguları

Biodentine tozunun X ışını kırınım analizi grafiğinde trikalsiyum silikat, dikalsiyum silikat, kalsiyum karbonat ve zirkonyum oksit pikleri tespit edildi (Şekil 4.1.1.).



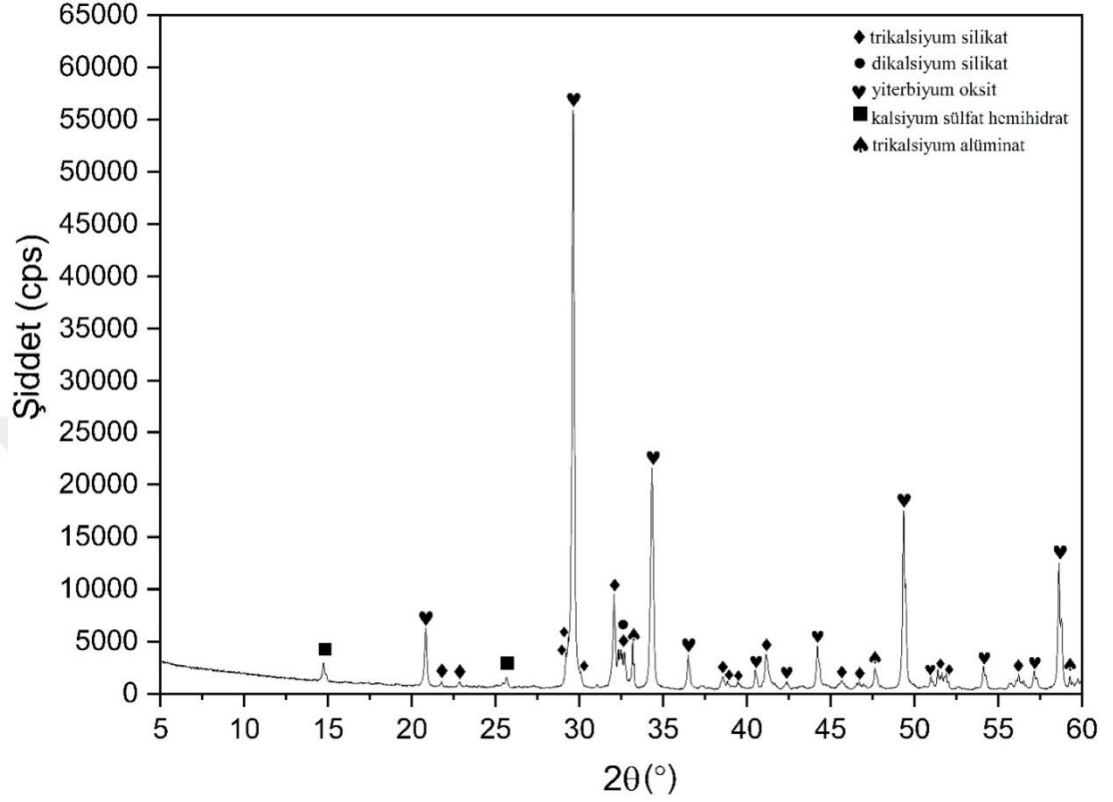
Şekil 4.1.1. Biodentine tozuna ait XRD analizi bulguları

BIO MTA+ tozunun X ışını kırınım analizi grafiğinde trikalsiyum silikat, dikalsiyum silikat, bizmut oksit, zirkonyum oksit ve magnezyum alüminyum karbonat pikleri tespit edildi (Şekil 4.1.2.).



Şekil 4.1.2. BIO MTA+ tozuna ait XRD analizi bulguları

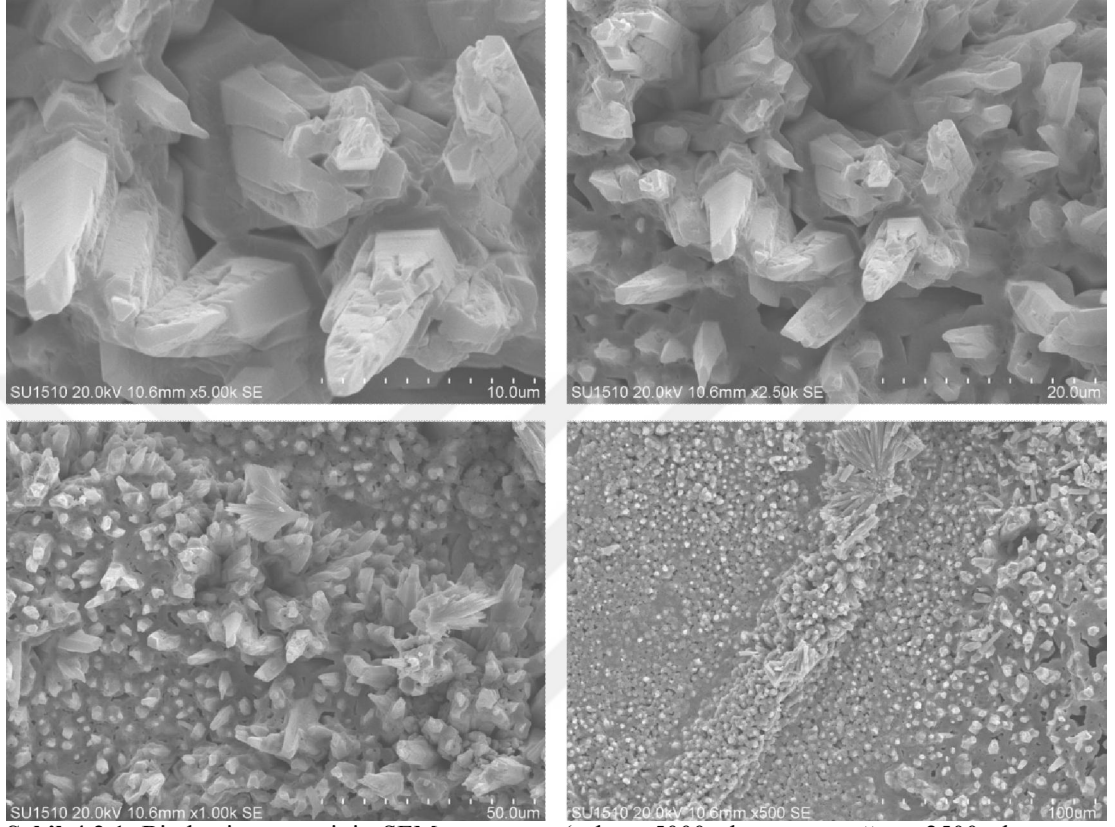
BIOfactor MTA tozunun X ışını kırınım analizi grafiğinde trikalsiyum silikat, dikalsiyum silikat, yiterbiyum oksit, kalsiyum sülfat hemihidrat ve trikalsiyum alüminat pikleri tespit edildi (Şekil 4.1.3.).



Şekil 4.1.3. BIOfactor MTA tozuna ait XRD analizi bulguları

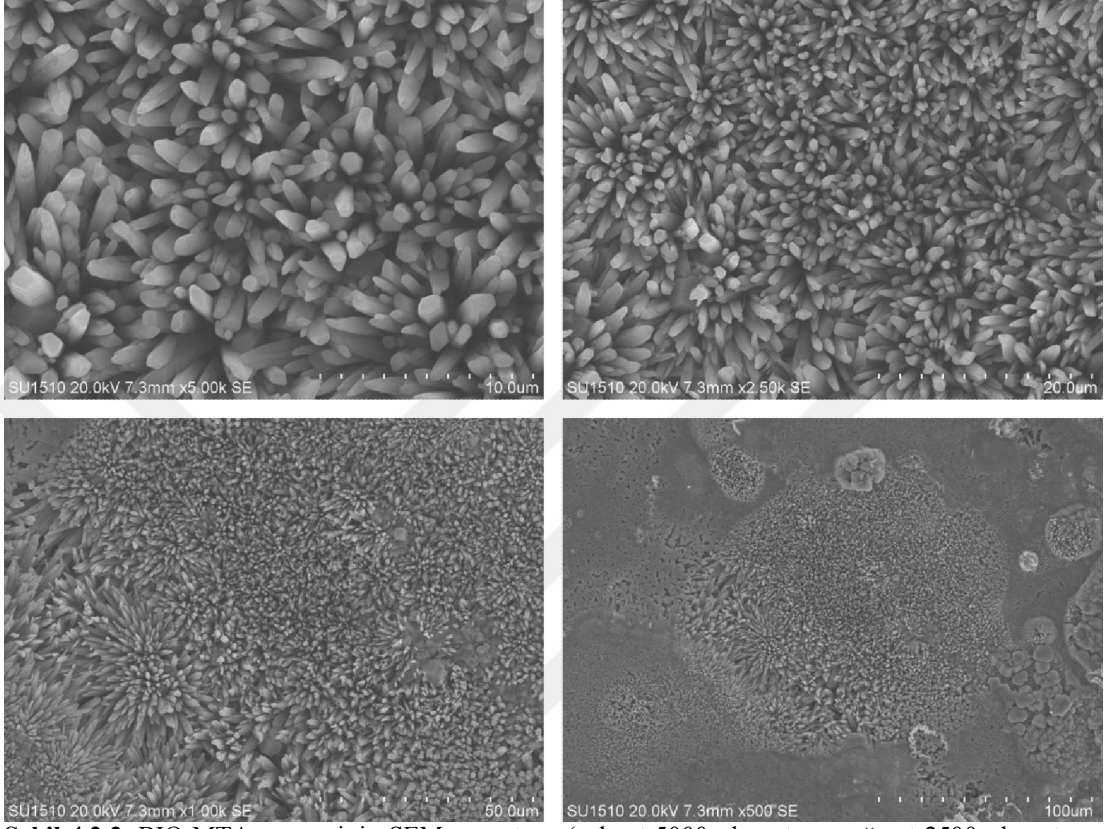
4.2. SEM Görüntüleri

Biodentine örneklerinden alınan SEM görüntülerinde materyal yüzeyinde dikensi kristaller görülmektedir (Şekil 4.2.1.).



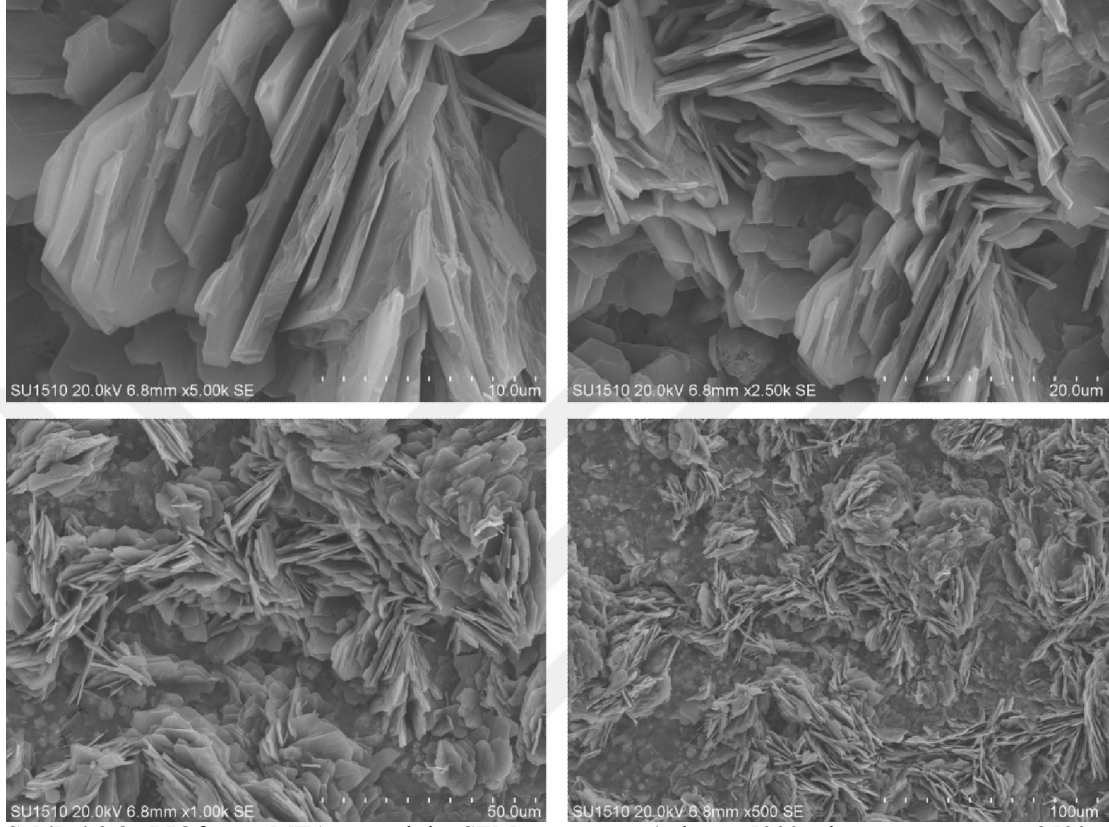
Şekil 4.2.1. Biodentine yüzeyinin SEM görüntüsü (sol üst 5000× büyütme, sağ üst 2500× büyütme, sol alt 1000× büyütme, sağ alt 500× büyütme)

BIO MTA+ örneklerinden alınan SEM görüntülerinde materyal yüzeyinin kümelenmiş kristalize partiküllerden oluşan homojen bir yapıya sahip olduğu izlenmektedir (Şekil 4.2.2.).



Şekil 4.2.2. BIO MTA+ yüzeyinin SEM görüntüsü (sol üst 5000× büyütme, sağ üst 2500× büyütme, sol alt 1000× büyütme, sağ alt 500× büyütme)

BIOfactor MTA örneklerinden alınan SEM görüntülerinde materyal yüzeyinin üst üste yığılmış yaprak şeklinde düzensiz kristalli bir yapıya sahip olduğu görülmektedir (Şekil 4.2.3.).

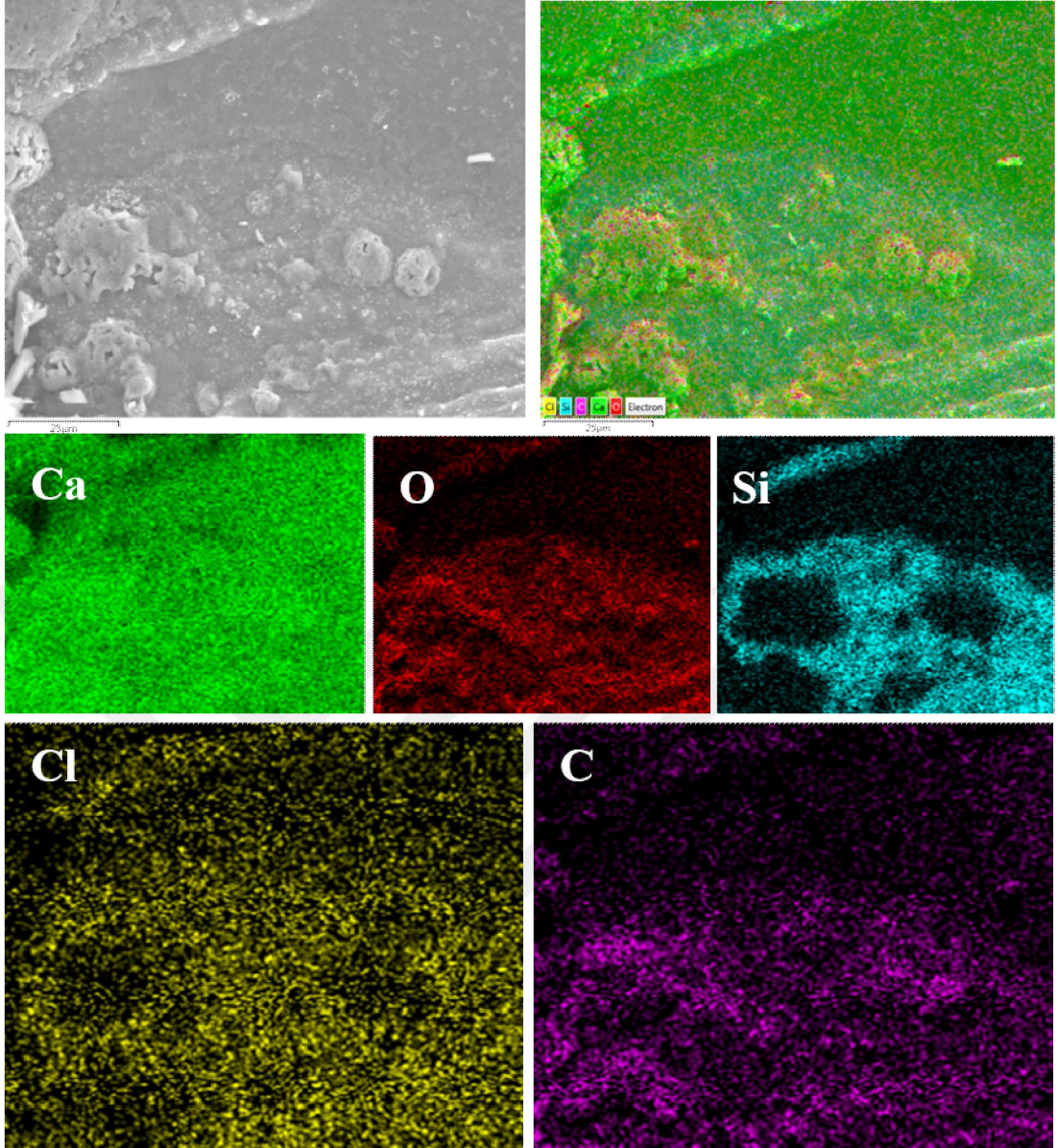


Şekil 4.2.3. BIOfactor MTA yüzeyinin SEM görüntüsü (sol üst 5000× büyütme, sağ üst 2500× büyütme, sol alt 1000× büyütme, sağ alt 500× büyütme)

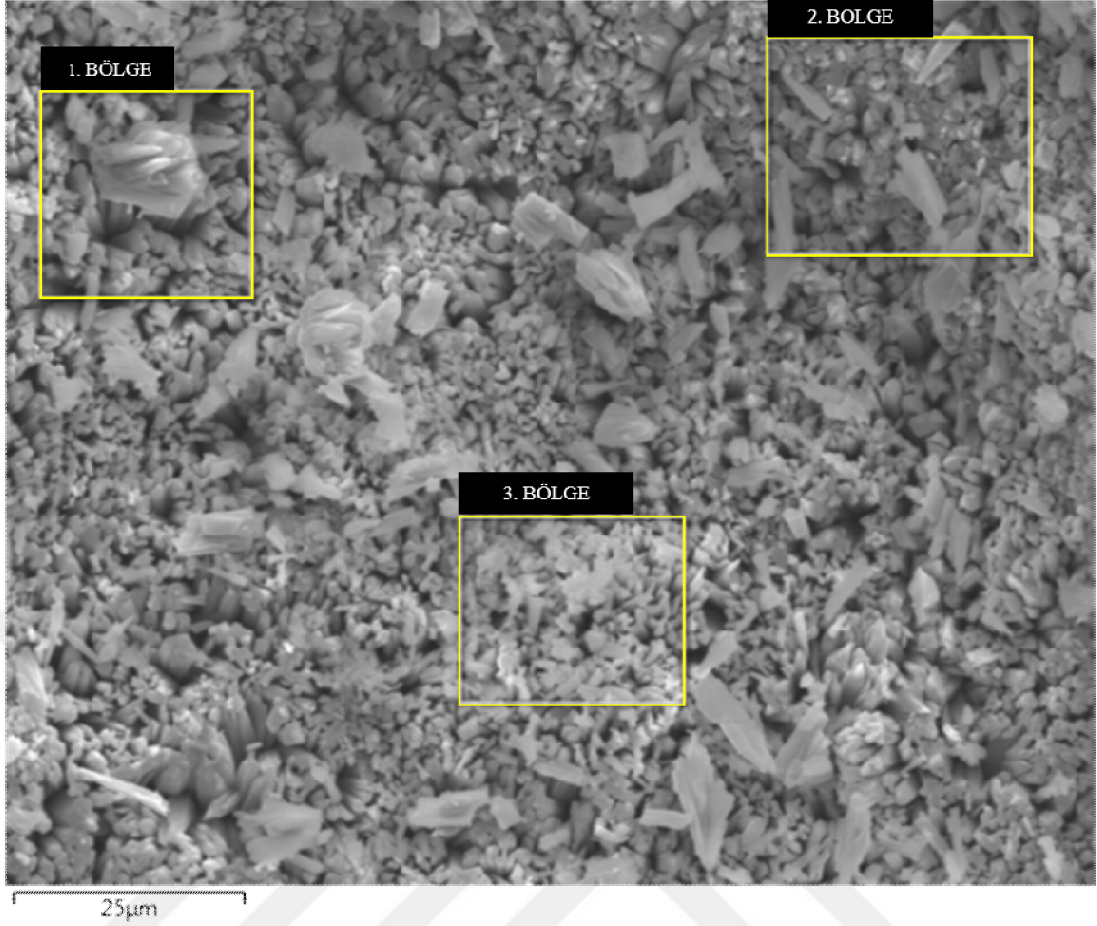
4.3. SEM-EDX Analizi

Numunelerin yüzeyi altın/paladyum ile kaplandığı için her EDX spektrumunda altın elementine rastlanmaktadır. Bu nedenle elemental kompozisyon değerlendirilirken altın elementi dikkate alınmamıştır. Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın 1000× büyütme ile alınan SEM görüntülerinde üç farklı bölge seçilerek EDX analizi yapılmış ve bu farklı bölgelerden elde edilen değerlerin ortalaması alınmıştır.

Biodentine örneğinin 1000× büyütme ile alınan SEM görüntüsü ve bu görüntü yüzeyine ait element haritası Şekil 4.3.1.'de verilmiştir. Biodentine örneğinden alınan SEM görüntüsü üzerinde SEM-EDX analizi için taranan üç farklı bölge Şekil 4.3.2.'de gösterilmiştir. Bu bölgelerin ortalama elemental kompozisyonu (ağırlıkça % ve atomik %) Tablo 4.3.1.'de verilmiştir.



Şekil 4.3.1. Biodentine örneğinin SEM görüntüsü ve element haritası (Cl: Klor, Si:Silikon, C:Karbon, Ca:Kalsiyum, O:Oksijen)

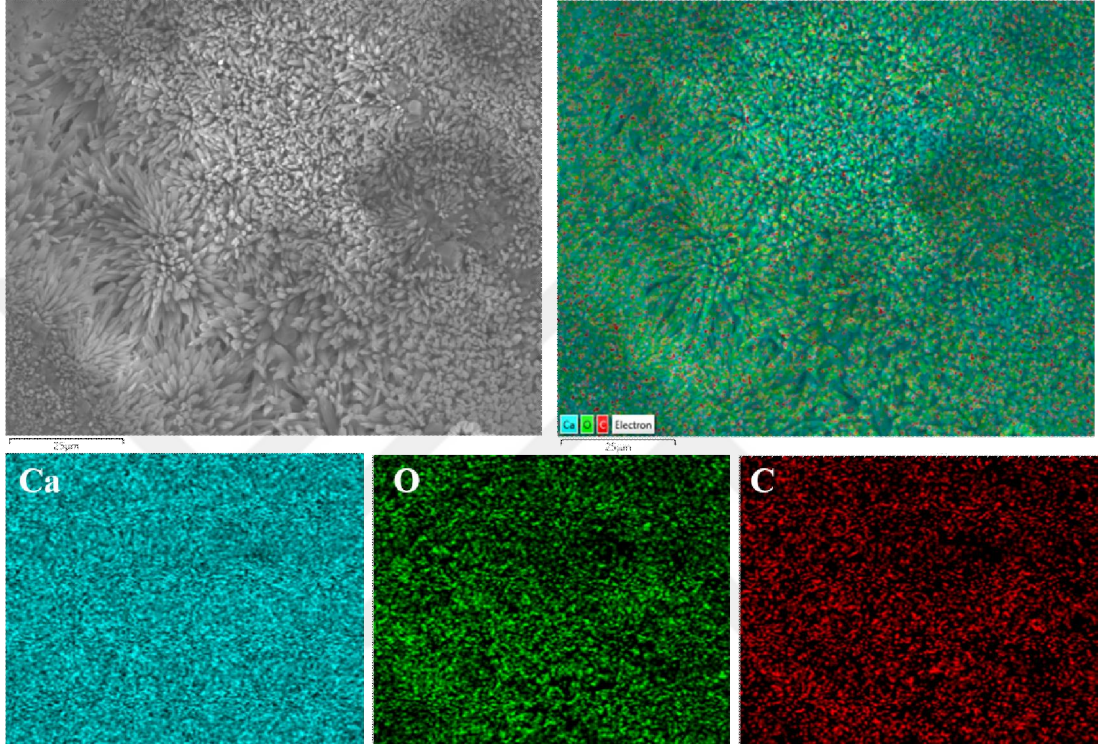


Şekil 4.3.2. Biodentine örneği üzerinde SEM-EDX analizi için taranan bölgeler (1000× büyütme)

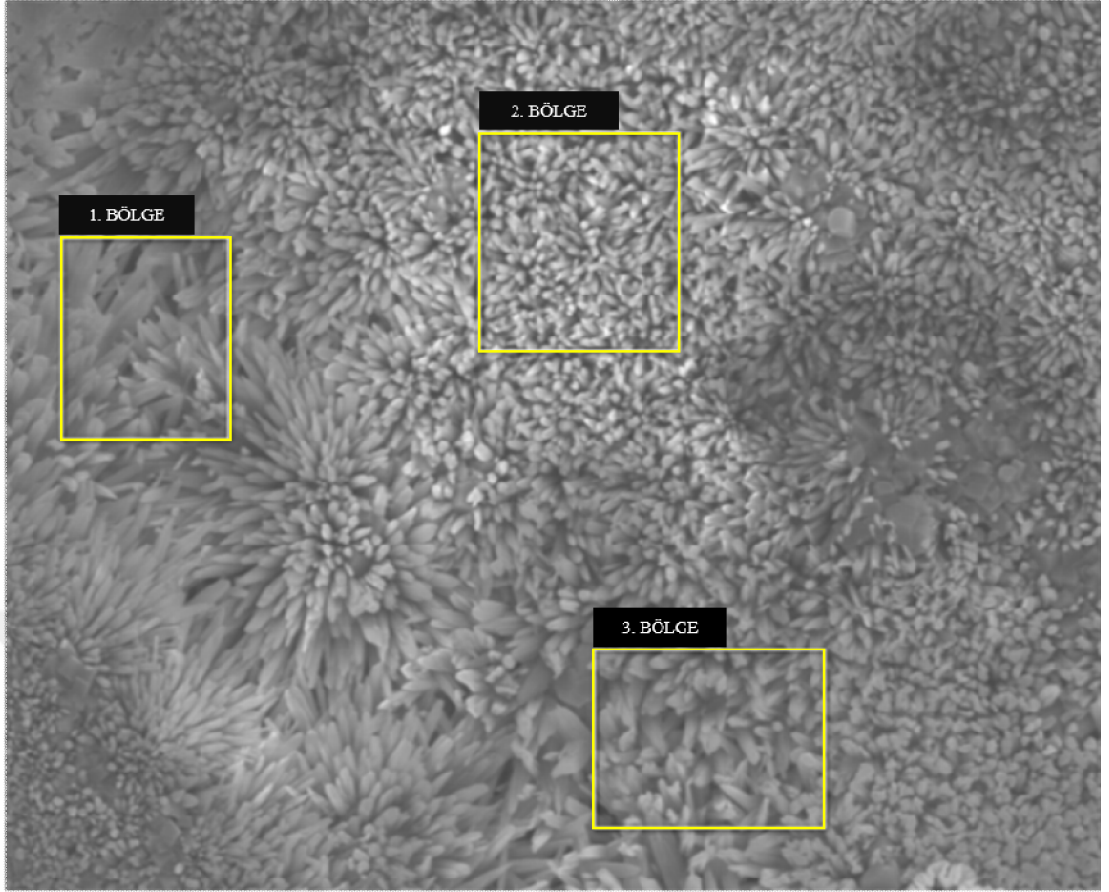
Tablo 4.3.1. Biodentine'in elemental kompozisyonu (3 bölgenin ortalaması)

Element	Ağırlıkça %	Atomik %
C	12,49	20,04
O	51,56	64,42
Ca	35,94	17,52

BIO MTA+ örneğinin 1000× büyütme ile alınan SEM görüntüsü ve bu görüntü yüzeyine ait element haritası Şekil 4.3.3.'de verilmiştir. BIO MTA+ örneğinden alınan SEM görüntüsü üzerinde SEM-EDX analizi için taranan üç farklı bölge Şekil 4.3.4.'de gösterilmiştir. Bu bölgelerin ortalama elemental kompozisyonu (ağırlıkça % ve atomik %) Tablo 4.3.2.'de verilmiştir.



Şekil 4.3.3. BIO MTA+ örneğinin SEM görüntüsü ve element haritası (C:Karbon, O:Oksijen, Ca:Kalsiyum)

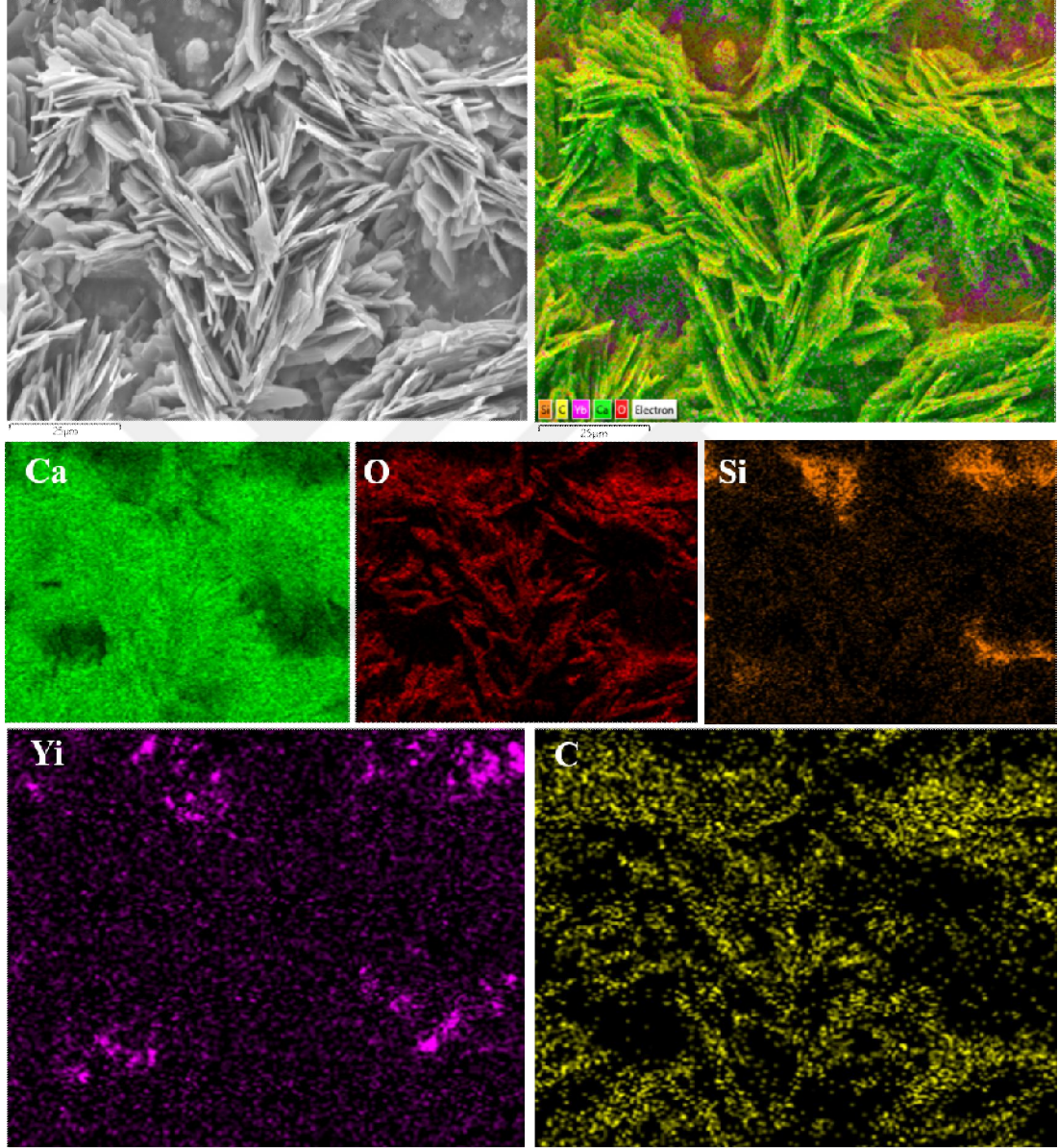


Şekil 4.3.4. BIO MTA+ örneği üzerinde SEM-EDX analizi için taranan bölgeler (1000× büyütme)

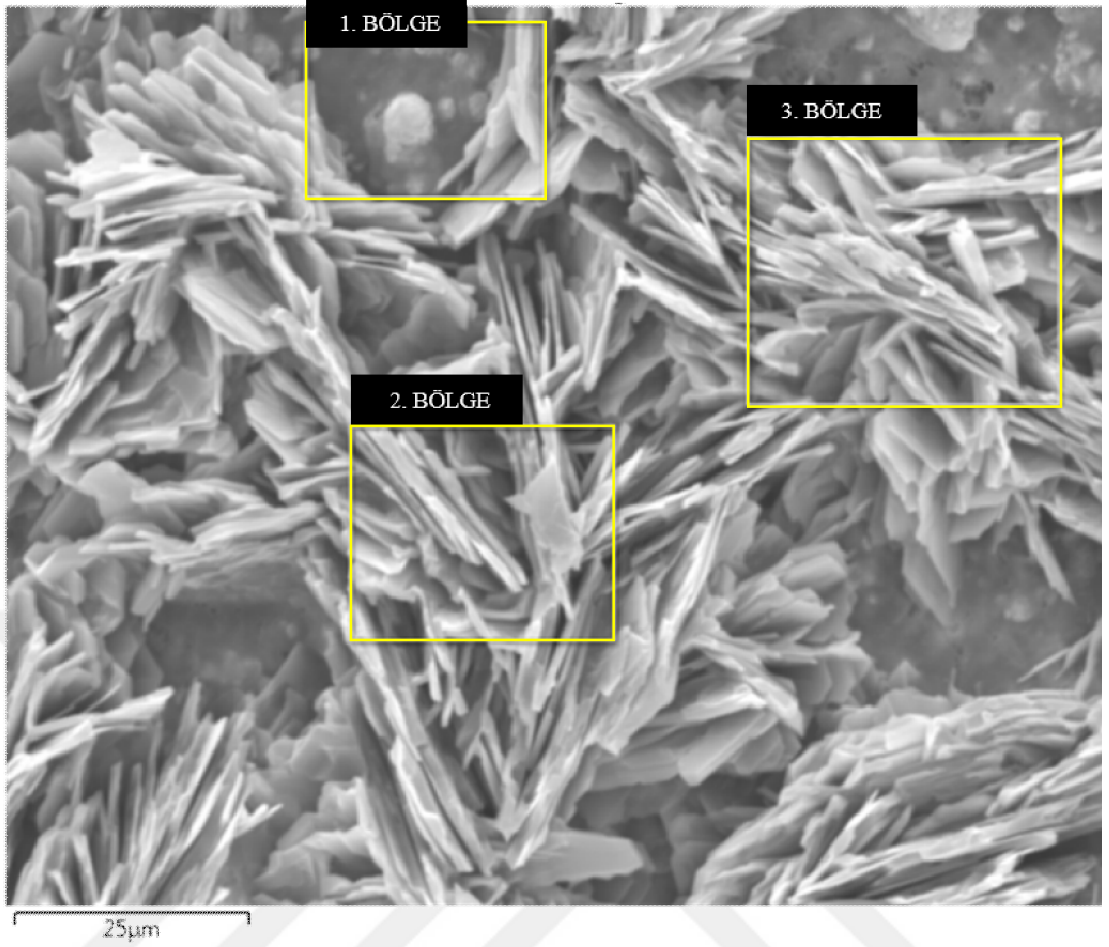
Tablo 4.3.2. BIO MTA+'ın elemental kompozisyonu (3 bölgenin ortalaması)

Element	Ağırlıkça %	Atomik %
C	13,29	21,11
O	52,47	62,56
Ca	34,23	16,33

BIOfactor MTA örneğinin 1000× büyütme ile alınan SEM görüntüsü ve bu görüntü yüzeyine ait element haritası Şekil 4.3.5.'de verilmiştir. BIOfactor MTA örneğinden alınan SEM görüntüsü üzerinde SEM-EDX analizi için taranan üç farklı bölge Şekil 4.3.6.'de gösterilmiştir. Bu bölgelerin ortalama elemental kompozisyonu (ağırlıkça % ve atomik %) Tablo 4.3.3.'de verilmiştir.



Şekil 4.3.5. BIOfactor MTA örneğinin SEM görüntüsü ve element haritası (O:Oksijen, Si:Silikon, Ca:Kalsiyum, Yb:Yterbiyum, C:Karbon)



Şekil 4.3.6. BIOfactor MTA örneği üzerinde SEM-EDX analizi için taranan bölgeler (1000× büyütme)

Tablo 4.3.3. BIOfactor MTA'nın elemental kompozisyonu (3 bölgenin ortalaması)

Element	Ağırlıkça %	Atomik %
O	49,72	69,19
Ca	41,97	23,32
Yb	3,73	0,48
Si	1,15	0,92
C	3,19	5,94
Cl	0,21	0,13

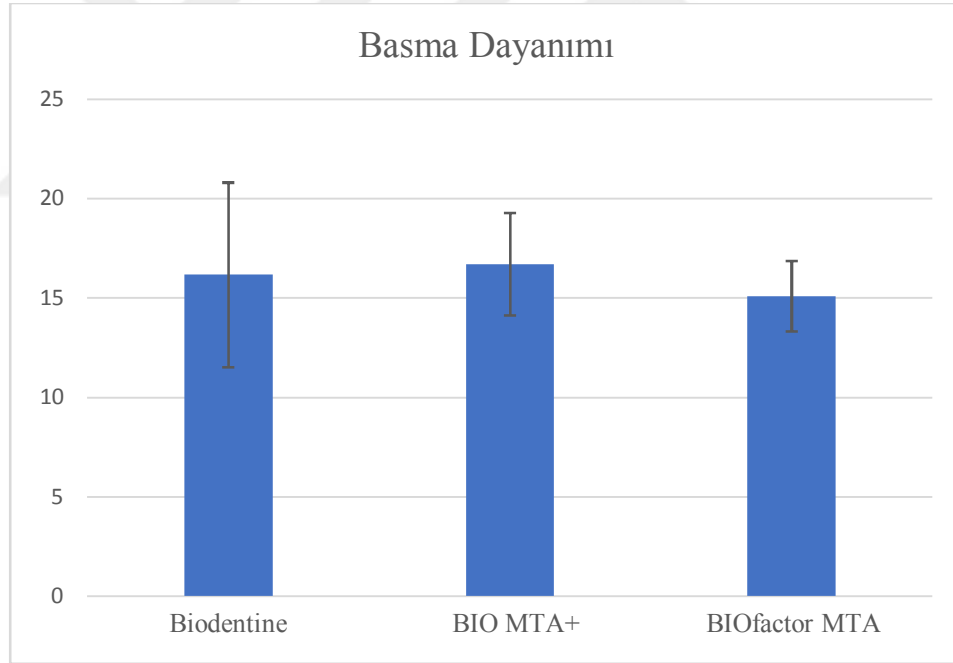
4.4. Basma Dayanımı Bulguları

Bu tez çalışmasında kullanılan materyallerin basma dayanımı değerleri Tablo 4.4.1.'de verilmiştir. Materyaller arasında basma dayanımları açısından istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır ($p=0,294$). Yapılan istatistiksel analiz sonucunda materyallerin basma dayanımları ortalamasının birbirine yakın olduğu, en düşük değer BIOfactor MTA materyalinde, en yüksek değer ise BIO MTA+ materyalinde olduğu bulunmuştur (Şekil 4.4.1.).

Tablo 4.4.1. Materyallerin basma dayanımlarının karşılaştırılması

	N	Ortalama	Standart Sapma	Sıra Ortalaması	p
Biodentine	15	16,16 ^a	4,65	23,17	0,294
BIO MTA+	15	16,70 ^a	2,57	26,67	
BIOfactor MTA	15	15,09 ^a	1,76	19,17	
Total	45	15,98	3,23		

Aynı sütundaki farklı küçük harfler, istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğunu gösterir ($P<0,05$).



Şekil 4.4.1. Materyallerin basma dayanımlarının karşılaştırılması

4.5. Sertleşme Süresinin Tayini Bulguları

İncelenen materyallerin başlangıç sertleşme süreleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($p=0,001$). Üç farklı materyal arasında başlangıç sertleşme süresi en uzun olan materyal BIOfactor MTA olarak bulunmuştur ($P<0,05$). BIO MTA+ ve Biodentine'in başlangıç sertleşme süreleri

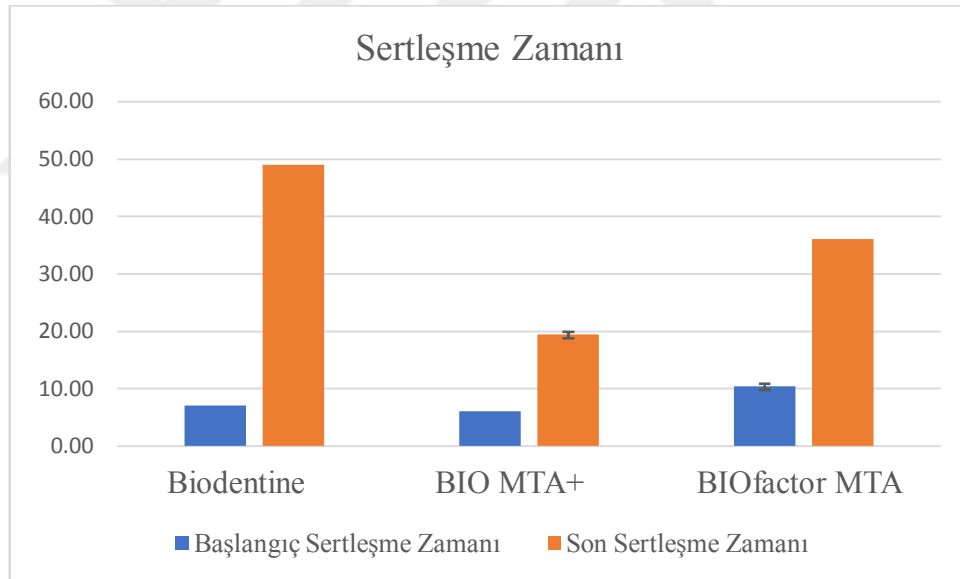
arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmamaktadır ($P>0,05$) (Tablo 4.5.1.) (Şekil 4.5.1.).

İncelenen materyallerin final sertleşme süreleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($p=0,001$). Final sertleşme sürelerinin karşılaştırılması sonucunda sertleşme süresi en kısa olan materyal BIO MTA+ olarak bulunurken, en uzun olan materyal ise Biodentine olarak bulunmuştur ($P<0,05$) (Tablo 4.5.1.) (Şekil 4.5.1.).

Tablo 4.5.1. Materyallerin sertleşme zamanlarının karşılaştırılması

	Başlangıç Sertleşme Zamanı	Final Sertleşme Zamanı	p
Biodentine	7,00±0,00 ^a	49,00±0,00 ^c	0,001
BIO MTA+	6,00±0,01 ^a	19,40±0,55 ^a	0,001
BIOfactor MTA	10,40±0,55 ^b	36,00±0,00 ^b	0,001
p	0,001	0,001	

Aynı sütundaki farklı küçük harfler, istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğunu gösterir ($P<0,05$).



Şekil 4.5.1. Materyallerin sertleşme zamanlarının karşılaştırılması

4.6. Çözünürlük Bulguları

Çalışmamızda incelenen materyallerin 1. günde meydana gelen çözünürlük (W_1) değerleri sonuçlarına göre gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($p=0,005$). 1. günde meydana gelen çözünürlük değerleri karşılaştırıldığında en yüksek çözünürlük gösteren materyalin BIOfactor MTA, en düşük çözünürlük gösteren materyalin ise Biodentine olduğu bulunmuştur ($P<0,05$) (Şekil 4.6.1.).

Çalışmamızda incelenen materyallerin 7. günde meydana gelen çözünürlük (W_7) değerleri sonuçlarına göre gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($p=0,001$). 7. günde meydana gelen çözünürlük değerleri karşılaştırıldığında en yüksek çözünürlük gösteren materyalin BIOfactor MTA olduğu görülürken ($P<0,05$) Biodentine ve BIO MTA+ arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunamamıştır ($P>0,05$) (Şekil 4.6.1.).

Çalışmamızda incelenen materyallerin 30. günde meydana gelen çözünürlük (W_{30}) değerleri sonuçlarına göre gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($p=0,001$). 30. günde meydana gelen çözünürlük değerleri karşılaştırıldığında ise en yüksek çözünürlük gösteren materyalin BIOfactor MTA, en düşük çözünürlük gösteren materyalin ise BIO MTA+ olduğu bulunmuştur ($P<0,05$) (Şekil 4.6.1.).

Biodentine materyalinin 1. ve 7. günlerde (W_1-W_7), 1. ve 30. günlerde (W_1-W_{30}) ve 7. ve 30. günlerde (W_7-W_{30}) meydana gelen çözünürlük düzeyleri karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($p=0,001$). Elde edilen bulgulara göre Biodentine'in çözünürlüğünün zamanla arttığı görülmüştür (Tablo 4.6.1.).

BIO MTA+ materyalinin 1. ve 7. Günlerde (W_1-W_7) meydana gelen çözünürlük düzeyleri karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır ($p=0,260$). BIO MTA+ materyalinin 1. ve 30. günlerde (W_1-W_{30}) ve 7. ve 30. günlerde (W_7-W_{30}) günlerde meydana gelen çözünürlük düzeyleri karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($P<0,05$) ($p=0,001$). Materyalin 30. günde meydana gelen çözünürlüğü, 1. ve 7. günde meydana gelen çözünürlüğe göre azalmıştır (Tablo 4.6.1.).

BIOfactor MTA materyalinin 1. ve 7. günlerde (W_1-W_7), 1. ve 30. günlerde (W_1-W_{30}) ve 7. ve 30. günlerde (W_7-W_{30}) meydana gelen çözünürlük düzeyleri karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($p=0,001$). Çalışmamızdan elde edilen bulgulara göre BIOfactor MTA'nın çözünürlüğünün zamanla arttığı görülmüştür ($P<0,05$) (Tablo 4.6.1.).

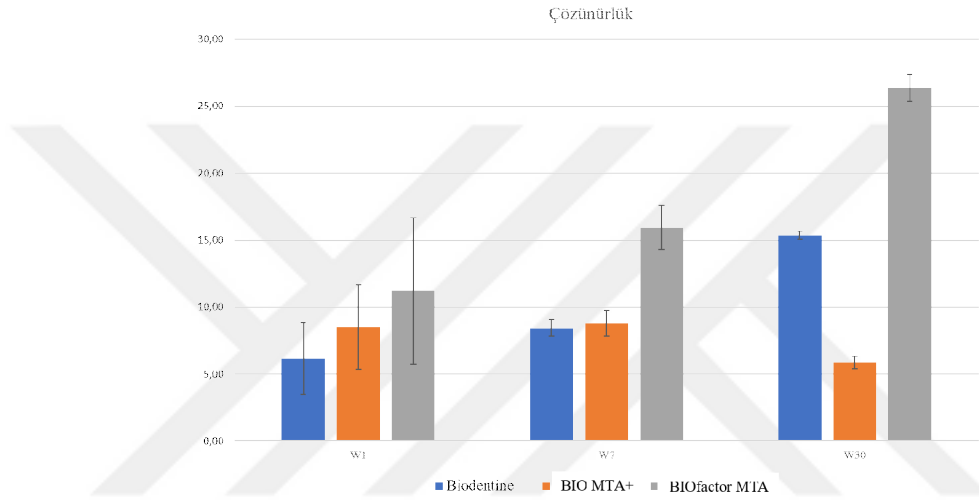
Tablo 4.6.1. Materyallerin çözünürlük değerlerinin karşılaştırılması

	W ₁	W ₇	W ₃₀
Biodentine	6,15±2,68 ^{aA}	8,46±3,15 ^{aB}	15,36±5,48 ^{bC}
BIO MTA+	8,54±0,63 ^{bB}	8,82±0,96 ^{aB}	5,88±1,64 ^{aA}
BIOfactor MTA	11,21±0,30 ^{cA}	15,96±0,47 ^{bB}	26,38±1,01 ^{cC}
P	0,005	0,001	0,001

W₁:1. Günde meydana gelen çözünürlük, W₇:7. Günde meydana gelen çözünürlük, W₃₀:30. Günde meydana gelen çözünürlük.

Aynı satırdaki farklı büyük harfler, aynı materyalin farklı zaman diliminde ölçülen çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğunu gösterir (P <0,05).

Aynı sütundaki farklı küçük harfler, materyaller arasında aynı zaman diliminde ölçülen çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğunu gösterir (P <0,05).



Şekil 4.6.1. Materyallerin çözünürlük değerlerinin karşılaştırması

4.7. Boyutsal değişim testi bulguları

Materyallerin 24 saatlik boyutsal değişim yüzdeleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır (p=0,001). 24 saatlik sürede en düşük boyutsal değişim BIOfactor MTA grubunda bulunurken (P<0,05) Biodentine ve BIO MTA+ arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunamamıştır (P>0,05) (Şekil 4.7.1.).

Materyallerin 30 günlük boyutsal değişim yüzdeleri sonuçlarına göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır (p=0,001). 30 günlük sürede en yüksek değişim BIO MTA+, en düşük değişim Biodentine grubunda görülmüştür (P<0,05) (Şekil 4.7.1.).

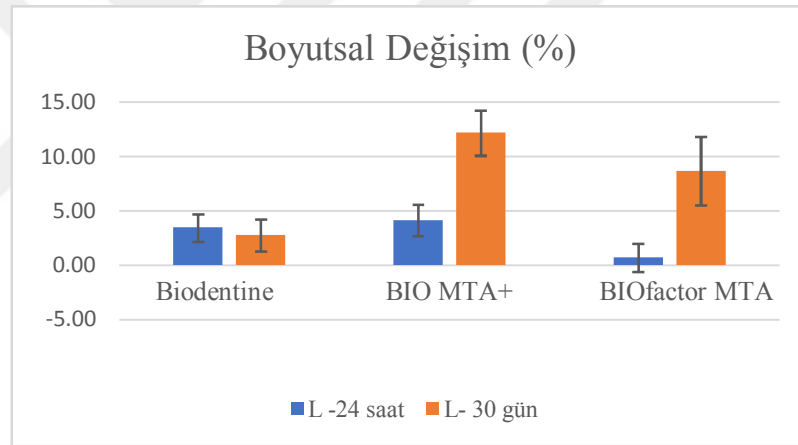
Biodentine materyalinin 24 saat ve 30 günlük boyutsal değişim yüzdeleri karşılaştırmasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır (p=0,001). Çalışmamızdan elde edilen bulgulara göre Biodentine'in boyutsal değişiminin

zamanla azaldığı görülmüştür. BIO MTA+ materyalinin 24 saat ve 30 günlük boyutsal değişim yüzdeleri karşılaştırmasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($p=0,001$). Elde edilen bulgulara göre BIO MTA+'ın boyutsal değişimi zamanla artmıştır. BIOfactor MTA materyalinin 24 saat ve 30 günlük boyutsal değişim yüzdeleri karşılaştırmasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($p=0,001$). BIOfactor MTA'nın boyutsal değişiminin zamanla arttığı görülmüştür (Tablo 4.7.1.).

Tablo 4.7.1. Materyallerin zaman dilimlerine göre boyutsal değişim yüzdesinin karşılaştırılması

	L -24 saat	L- 30 gün	p
Biodentine	3,45±1,26 ^b	2,77±1,47 ^a	0,17
BIO MTA+	4,14±1,46 ^b	12,15±2,06 ^c	0,001
BIOfactor MTA	0,69±1,28 ^a	8,66±3,15 ^b	0,001
p	0,001	0,001	

Aynı sütundaki farklı küçük harfler, materyallerin boyutsal değişim değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğunu gösterir ($P < 0,05$).



Şekil 4.7.1. Materyallerin boyutsal değişim yüzdesinin karşılaştırılması

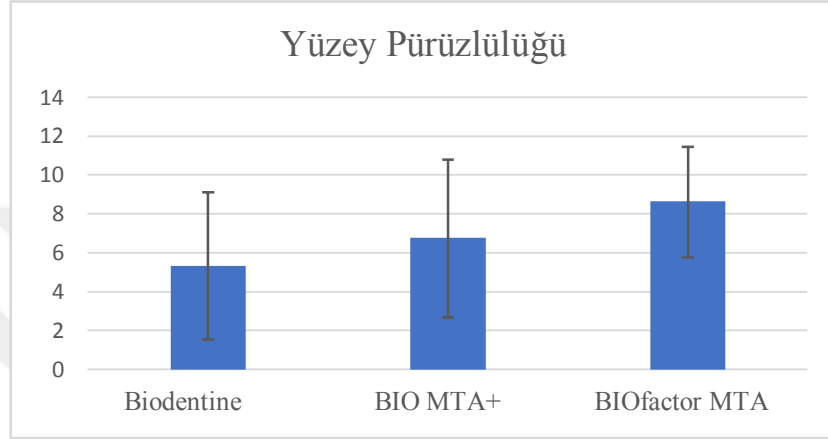
4.8. Yüzey pürüzlülüğü bulguları

Yapılan istatistiksel analiz sonuçlarına göre gruplar arasında yüzey pürüzlülükleri bakımından istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır ($p=0,043$). Yüzey pürüzlülüğünün en yüksek olduğu grup BIOfactor MTA olarak bulunurken ($P < 0,05$), Biodentine ve BIO MTA+ arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunamamıştır ($P > 0,05$) (Şekil 4.8.1.) (Tablo 4.8.1.). Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın profilometre kullanılarak alınan temsili 3 boyutlu yüzey görüntüleri sırasıyla Şekil 4.8.2., Şekil 4.8.3., Şekil 4.8.4.'te gösterilmektedir.

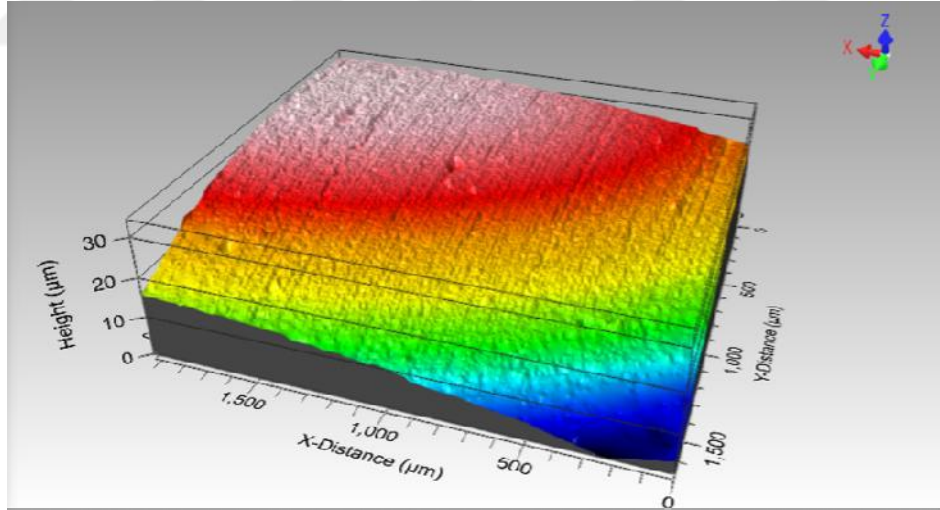
Tablo 4.8.1. Materyallerin yüzey pürüzlülüğünün karşılaştırılması

	N	Ortalama	Standart	Sıra	p
		(μm)	Sapma	Ortalaması	
Biodentine	16	5,34 ^a	3,78	18,53	0,043
BIO MTA+	16	6,76 ^a	4,06	23,69	
BIOfactor MTA	16	8,63 ^b	2,85	31,28	
Total	48	6,91	3,78		

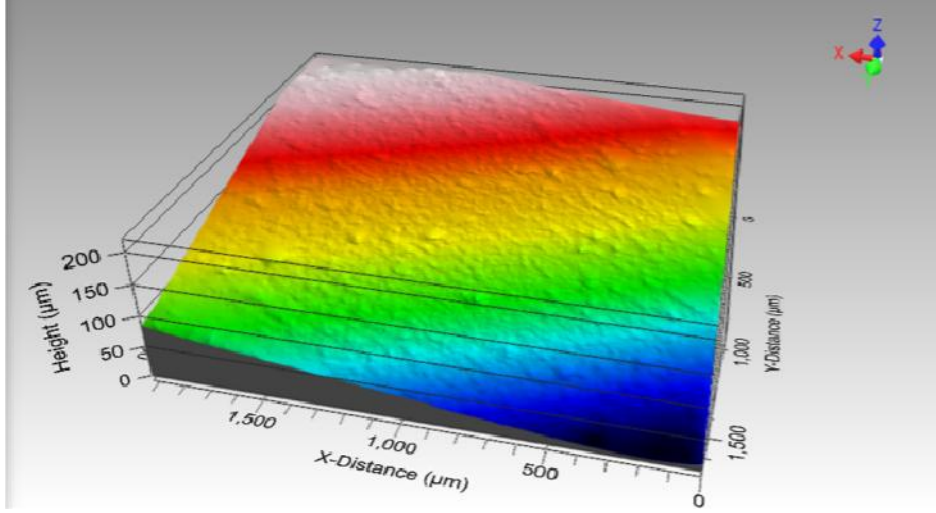
Aynı sütundaki farklı küçük harfler, materyaller arasında yüzey pürüzlülüğü değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğunu gösterir ($P < 0,05$).



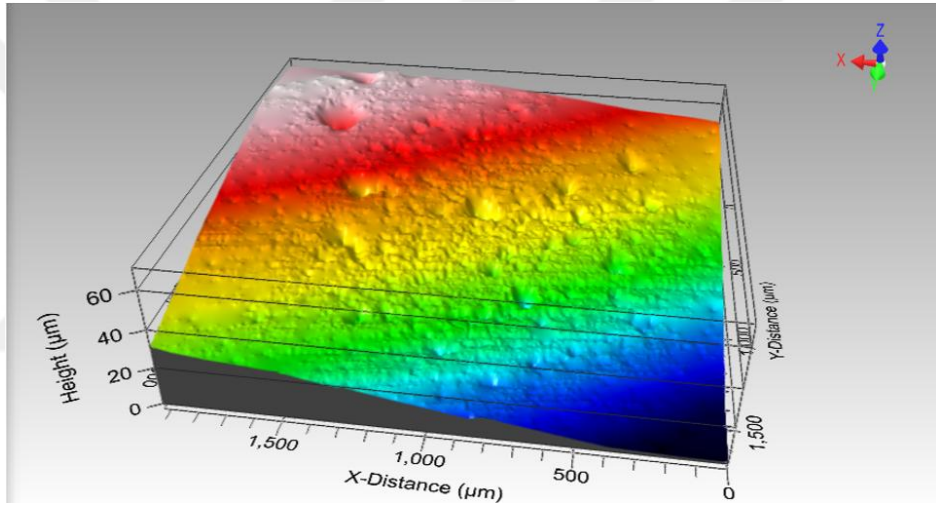
Şekil 4.8.1. Materyallerin yüzey pürüzlülüğünün karşılaştırılması



Şekil 4.8.2. Biodentine örneğinin profilometre kullanılarak alınan 3 boyutlu yüzey görüntüsü



Şekil 4.8.3. BIO MTA+ örneğinin profilometre kullanılarak alınan 3 boyutlu yüzey görüntüsü



Şekil 4.8.4. BIOfactor MTA örneğinin profilometre kullanılarak alınan 3 boyutlu yüzey görüntüsü

5.TARTIŞMA

Materyallerin kimyasal analizleri SEM-EDX ve XRD kullanılarak gerçekleştirilebilir. SEM-EDX, test edilen materyallerin temel yapısı hakkında niteliksel bilgi vererek materyal yüzeyinin görselleştirmesine ve karakterizasyonuna izin verir (Formosa ve ark. 2012). Ancak SEM-EDX yalnızca incelenen materyali oluşturan elementleri tanımlar ve materyalin gerçek bileşik kompozisyonu hakkında yanlış anlaşılmalara yol açabilir (Camilleri ve ark. 2005).

Numuneler üzerinde XRD yapılarak bir materyalde bulunan ana kristal fazlar belirlenebilir (Camilleri ve ark. 2005). Bu analiz yöntemiyle 2θ'ya karşılık gelen bir yoğunluk grafiği çizilir ve bu grafikteki belirli tepe noktaları her materyale özgü olduğundan numunede mevcut fazları tanımlamak için kullanılabilirler. XRD kırınımına dayandığından, yalnızca düzenli (kristal) bir yapıya sahip fazları tanımlayabilir. Rastgele (yani amorf) yapıya sahip fazlar XRD ile tanımlanamaz (Formosa ve ark. 2012). XRD'de bir kristal fazı temsil eden her bir tepe noktasının yoğunluğu, faz konsantrasyonuyla orantılıdır (Grazziotin-Soares ve ark. 2014). Yapılan çalışmalar sonucunda MTA'nın kesin bileşimini belirlemede XRD analizinin gerekli olduğu gösterilmiştir (Camilleri ve ark. 2005). Bununla birlikte, kalsiyum silikat esaslı simanlar için bu analizin bir dezavantajı, tepe noktalarının üst üste binmesi ve materyallerin içinde çoklu bileşiklerin (multiple compounds) bulunmasıdır (Grazziotin-Soares ve ark. 2014). Bu nedenle tez çalışmamızda materyaldeki temel bileşimi değerlendirmek için gerçekleştirilen kimyasal analiz, hem SEM-EDX hem de XRD kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Tez çalışmamızda incelenen kalsiyum silikat esaslı simanlarda bulunan ana fazların belirlenmesi için XRD analizi yapılmış olup ve bu analiz ile elde edilen veriler HighScore Plus yazılımı ile incelenerek materyalde bulunan ana fazlar belirlenmiştir. XRD analizi materyallerin ana bileşenlerini belirlemek amacıyla sadece toz formları üzerinde gerçekleştirilebilirken incelenen materyalin hidrasyon ürünlerini belirlemek amacıyla hidrasyonu tamamlanan örnekler toz haline getirildikten sonra bu formları üzerinde de gerçekleştirilebilir (2008; Camilleri ve ark. 2013; Li ve ark. 2019; Voicu ve ark. 2019). Çalışmamızda kullanılan materyallerden BIOfactor MTA ve BIO MTA+ yeni piyasaya sürülen materyaller oldukları için bu materyallerin ana bileşenlerini belirlemek amacıyla XRD analizi, materyallerin sadece toz formları üzerinde gerçekleştirilmiştir. Bu materyallerin

hidrasyon ürünlerini belirlemek için hidrasyonu tamamlanıp toz haline getirilecek örnekler üzerinde XRD analizinin gerçekleştirileceği daha ileri çalışmalara ihtiyaç vardır.

Tez çalışmamızın bulgularına göre Biodentine tozunun X ışını kırınım analizi grafiğinde trikalsiyum silikat, dikalsiyum silikat, kalsiyum karbonat ve zirkonyum oksit pikleri tespit edildi. Bu analiz ile elde edilen veriler daha önce yapılan çalışmalardan sağlanan veriler ile uyumlu bulunmuştur (Camilleri ve ark. 2013; Li ve ark. 2019; Voicu ve ark. 2019).

BIO MTA+ tozunun X ışını kırınım analizi grafiğinde trikalsiyum silikat, dikalsiyum silikat, bizmut oksit, zirkonyum oksit ve magnezyum alüminyum karbonat pikleri tespit edildi. Bu analiz ile elde edilen veriler daha önce yapılan çalışmalardan sağlanan veriler ile uyumlu bulunmuştur (Li ve ark. 2019; Voicu ve ark. 2019).

BIOfactor MTA tozunun X ışını kırınım analizi grafiğinde trikalsiyum silikat, dikalsiyum silikat, yterbiyum oksit, kalsiyum sülfat hemihidrat ve trikalsiyum alüminat pikleri tespit edildi. BIOfactor MTA materyali yeni bir materyal olduğu için literatürde daha önce yayınlanmış X ışını kırınım analizi grafiği bulunmamaktadır ancak çalışmamızda elde edilen veriler üretici tarafından sağlanan veriler ile örtüşmektedir.

SEM-EDX analizi semi-kantitatif bir yöntemdir (Camilleri 2007). Aynı materyal üzerinde gerçekleştirilen SEM-EDX analizinde farklı ekipmanların kullanılması ve ölçümler arasında farklılıkların bulunması materyalin kimyasal bileşiminde küçük farklılıkların ortaya çıkmasına neden olabilir (Ghilotti ve ark. 2020). Biodentine'in genişçe bir yüzeyinin tarandığı element haritalamasında klor, silikon, karbon, kalsiyum ve oksijen elementleri tespit edilmiştir. Biodentine örneği üzerinde rastgele seçilen 3 farklı bölgenin SEM-EDX analizinde karbon, oksijen ve kalsiyum elementleri tespit edilmiş olup klor ve silikon elementleri yakalanmamıştır. BIO MTA+ örneğinin tüm yüzeyinde (elemental haritalama) ve üç farklı bölgesine yapılan SEM-EDX analizinde karbon, oksijen ve kalsiyum elementleri tespit edilmiştir. BIOfactor MTA'nın element haritalamasında oksijen, silikon, kalsiyum, yterbiyum ve karbon elementleri tespit edilirken BIOfactor MTA örneği üzerinde rastgele seçilen 3 farklı bölgenin SEM-EDX analizinde oksijen,

kalsiyum, yiterbiyum, silikon, karbon ve klor elementleri tespit edilmiştir. BIOfactor MTA'da radyoopaklaştırıcı ajan olarak bulunan ve varlığı çalışmamızda yapılan XRD analizi ile de doğrulanan yiterbiyum oksitin bileşenlerinden olan yiterbiyum, EDX analizinde de gösterilmiştir. Aynı materyal üzerinde gerçekleştirilen SEM-EDX analizindeki bu küçük farklılıkların nedeni materyallerin farklı bölgeleri üzerinde analizlerin gerçekleştirilmesi olabilir. Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın SEM-EDX analizinde karbon, oksijen ve kalsiyum elementleri ortak olarak bulunmuştur.

Basma dayanımı testi, ISO 9917-1: 2007'ye göre gerçekleştirilmiştir. Bu test özellikle Portland siman esaslı materyaller için tasarlanmamış olsa da yine de herhangi bir dental materyalin basma dayanımının test edilmesi için uygundur (Formosa ve ark. 2012). Bu nedenle çalışmamızda materyallerin basma dayanımı test edilirken bu yöntem kullanılmıştır.

Materyallerin basma dayanımının ölçülmesi, restoratif materyallerin yerleştirilmesi esnasında veya çiğneme sırasında oluşan basınç kuvvetlerine dayanma kabiliyetinin test edilmesi açısından önemlidir (Basturk ve ark. 2013; Kayahan ve ark. 2013). Materyallerin basma dayanımı kök ucu dolgusu için kullanıldığı durumlarda çok önemli değildir çünkü kök ucu dolgusu için kullanılan materyaller doğrudan yük taşımamaktadır (Oliveira ve ark. 2007). Ancak vital pulpa tedavilerinde, external çiğneme kuvvetlerine indirekt maruziyet vardır ve pulpa kaplama materyallerinin basınç dayanımı kapasitesi önemli bir fiziksel özellik olarak kabul edilmektedir (Kayahan ve ark. 2009; Kayahan ve ark. 2013). Ek olarak, bu materyaller restoratif materyallerin yerleştirilmesi sırasında oluşan kondensasyon kuvvetlerine de direnç gösterebilmelidir (Kogan ve ark. 2006; Basturk ve ark. 2013). Bir restoratif materyali desteklemek için gereken minimum basınç dayanımı miktarının 0.7 ila 1.2 MPa arasında olması gerektiği birtakım çalışmalarda belirtilmiştir (Chong ve ark. 1967; Draheim ve Murrey 1985). Basma dayanımının yetersiz olması durumunda materyal içinde yüksek gerilimler altında meydana gelen deformasyon veya çatlak, restorasyonun sızdırmazlığını bozarak sıvı penetrasyonuna yol açabilir. Bu penetrasyon sekonder çürüklere ve / veya pulpa hastalıklarına neden olabilir (Pierpont ve ark. 1994; Cho ve ark. 2002). Çalışmamız bulgularına göre Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın basma dayanımının, üzerine

yerleştirilecek olan restoratif materyali desteklemek için yeterli değerlerde olduğu bulunmuştur.

Çalışmamızdan elde edilen sonuçlara göre test edilen materyallerin basma dayanımları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık olmasa da en düşük değer BIOfactor MTA materyalinde, en yüksek değer ise BIO MTA+ materyalinde bulunmuştur. Basma dayanımı değerlerindeki bu fark, materyallerin farklı toz ve likit içeriklerinden, farklı radyopaklaştırıcı ajan içeriyor olmasından ve partikül boyutlarının farklı olmasından kaynaklanıyor olabilir. BIO MTA+'da radyopaklaştırıcı ajan olarak Bi_2O_3 ve ZrO_2 bulunurken, Biodentine'de sadece ZrO_2 bulunmaktadır. Bir çalışmada ZrO_2 'in kalsiyum silikat esaslı simanların basma dayanımı üzerinde olumlu bir etkisi olduğu gösterilmişken (Camilieri ve ark. 2011) başka bir çalışmada Bi_2O_3 ilavesinin Portland simanının gözenekliliğini arttırdığı ve dolayısıyla basma dayanımını azalttığı rapor edilmiştir (Coomaraswamy ve ark. 2007).

BIOfactor MTA ve BIO MTA+ yeni piyasaya sürülen kalsiyum silikat esaslı materyaller oldukları için literatürde bu materyallerin basma dayanımlarını değerlendiren herhangi bir çalışma bulunmamaktadır. BIO MTA+ çok küçük grenli hidroksiapatit içerdiği için bu materyalin geleneksel MTA'dan üç kat daha fazla dayanıklılığa sahip olduğu iddia edilmektedir (Bastawala ve ark. 2020). Biodentine üreticisi, Biodentine'in doğal dentine benzer şekilde 275 ila 300 MPa arasında değişen basınç dayanımı değerlerine sahip olduğunu bildirmektedir. Ayrıca Biodentine'in zamanla artmaya devam eden ve bir ay sonra 300 MPa değerine ulaşan basma dayanımı kapasitesine sahip olduğu da bildirilmiştir (Craig ve Peyton 1958; Septodont 2020). Biodentine'in yüksek mekanik dayanıklılığı, üretici tarafından bildirildiği üzere sertleşen materyalin zayıflamasına ve kırılma hızına yol açan alüminatların elimine edilmesine bağlanabilir (Butt ve ark. 2014). Biodentine'in basma dayanımı için üretici firma tarafından bildirilen bu değerler, çalışmamızda ve 7 günlük inkübasyon süresi kullanan önceki çalışmalardan elde edilen değerlerin oldukça üzerindedir (Jang ve ark. 2014; Natale ve ark. 2015; Govindaraju ve ark. 2017; Sheykhrezae ve ark. 2018).

Basma dayanımı testinin sonuçlarını etkileyen faktörler arasında simanın toz/likit oranı, örnek uçlarının düzlemsel olmaması, yükleme hızı, örneklerin şekli ve boyutu ve yükseklik/çap oranı (Neville 1995) ve kondensasyon basıncı (Nekoofar ve

ark. 2007) bulunmaktadır. Toz/likit oranı, hem maksimum dayanıklılık için tam hidrasyon sağlamaya izin verecek hem de çalışılabilir bir karışım oluşturacak şekilde ayarlanmalıdır (Formosa ve ark. 2012). Bu nedenle çalışmamızda kullanılan materyaller üreticinin talimatlarına uygun olarak belirtilen toz/likit oranına göre hazırlanmıştır. Ayrıca hazırlanan örneklerin uç düzlemselliği, silindirik numuneler test edilirken önemlidir, çünkü herhangi yüksek bir noktanın test makinesinin plaka yüzeyiyle erken teması, hatalı test sonuçlarına yol açabilir (Camilleri 2008). Tez çalışmamızda kullandığımız kalıplar, herhangi bir taşlama gerektirmeyen pürüzsüz düz bir yüzey ürettiğinden hazırlanan örneklerin uç düzlemsellik sorunu da ortadan kaldırılmıştır. Çalışmamızda kullanılan materyallerden elde edilen silindir örneklerin en boy oranı 1,5'ti; bu oranın 2'den büyük olması, bükülme nedeniyle yüksek hata olasılığına neden olurken, daha düşük bir oran, dayanıklılığın yükleme plakalarının kısıtlayıcı etkisinden etkilenmesine neden olacak ve bir düzeltme faktörünün kullanılmasını gerektirecektir (Neville 1981). Ayrıca simanın mekanik dayanımının pörözite dağılımı ile ilgili olduğu ve hidrolik simanların (MTA gibi) pörözite dağılımının azaltılmasının basma dayanımını arttırdığı gösterilmiştir (Dunne ve ark. 2003).

Nekoofar ve ark. (2007), kondensasyon basıncının MTA'nın yüzey sertliği, mikroyapısı ve basma dayanımı üzerindeki etkisini incelemek için bir çalışma tasarlamış ve yerleştirme sırasında MTA'ya daha fazla kondensasyon basıncı uygulandığında, yüzey sertliğinin önemli ölçüde azaldığı sonucuna ulaşmışlardır. Ayrıca yine bu çalışmada maksimum basma dayanımının minimum kondensasyon basıncı uygulandığında olduğu bulunmuştur. Yine yapılan başka bir çalışmada MTA'nın fizikokimyasal özelliklerinin, partikül boyutuna, toz/likit oranına, ortam sıcaklığına, karıştırma sırasında eklenen likit miktarına ve hava kabarcıklarının varlığına bağlı olduğu gösterilmiştir (Torabinejad ve ark. 1993).

Farklı karıştırma tekniklerinin de MTA'nın basma dayanımını etkilediği iddia edilmiştir. Çeşitli karıştırma ve yerleştirme tekniklerinin MTA üzerine olan etkisini incelemek için tasarlanan bir çalışmada mekanik karıştırmanın, manuel karıştırma ve yerleştirmeye kıyasla MTA'nın basma dayanımını arttırdığı bulunmuştur. Bu, mekanik karıştırmanın daha az susuz partikül ile daha az tanecikli bir karışım oluşturması ve daha iyi su difüzyonu sağlaması ile açıklanabilir (Basturk ve ark. 2013). Çalışmamızda kullanılan farklı kalsiyum silikat esaslı simanlar üreticinin talimatları doğrultusunda karıştırılmış olup bu koşullar tüm gruplar üzerinde aynı

etkiye sahiptir ve bu nedenle bu faktörlerin elde edilen basma dayanımı sonuçlarını etkilemediği söylenebilir.

Kalsiyum silikat esaslı materyallerin basma dayanımının, hidrasyon işlemi sırasında irrigasyon solüsyonları ile temas, asit etching uygulaması, kan kontaminasyonu ve düşük pH değerlerinden etkilendiği bildirilmiştir (Nekoofar ve ark. 2010; Kayahan ve ark. 2013; Wang ve ark. 2015; Govindaraju ve ark. 2017). Bu nedenle Kayahan ve ark. (2013), MTA yerleştirildikten sonra asit-etch kompozit ile restorasyonun en az 96 saat ertelenmesi gerektiğini öne sürmüşlerdir. MTA'nın sertleşme reaksiyonunun gerçekleşmesi için MTA'nın üzerine küçük bir nemli pamuk pelet uygulanır (Bogen ve ark. 2008) ve MTA'nın yer değiştirme olasılığını azaltmak için en az 72 saat veya daha uzun süre dokunulmadan kalmasına izin verilmelidir (VanderWeele ve ark. 2006). Çalışmamızda kullanılan kalsiyum silikat esaslı materyallerin basma dayanımı farklı solüsyonlarda ya da ortamlarda karşılaştırılmamış olup tek bir ortamda gerçekleştirilmiştir. Deney materyallerinin kana, tükürüğe ya da oral sıvılara maruz kalabileceği ortamlarda kullanılacağı durumlarda materyallerin basma dayanımlarındaki değişikliklerin belirlenmesi için daha fazla çalışmaya ihtiyaç vardır.

Pulpa perforasyonları üzerine yerleştirilen MTA üzerine yapılacak kompozit restorasyon sırasında, MTA üzerinde meydana gelen stres dağılımını değerlendirmek için bir çalışma yapılmıştır. Bu çalışmada MTA kalınlığının artmasıyla hem MTA-pulpa ara yüzeyinde hem de MTA'nın kendisinde stres dağılımının azaldığı sonucuna varılmıştır. Pulpa kaplaması için MTA gerektiğinde, üzerine uygulanacak olan restoratif materyallerin kondensasyon kuvvetleri altındaki stresini azaltmak için kalın bir materyal tabakası kullanmak daha iyi bir seçenek gibi görünmektedir (Ozkurt-Kayahan ve ark. 2020).

Biyolojik ve fiziksel özelliklerin ayırt edici kombinasyonuna bakılmaksızın, ticari olarak temin edilebilen MTA formülasyonlarının öngörülemeyen sertleşme zamanı ve sertleşme reaksiyonu bu materyallerin potansiyel dezavantajlarıdır (Gancedo-Caravia ve Garcia-Barbero 2006). Klinikte kullandığımız materyalin çalışma zamanını ve sertleşme zamanını bilmemiz klinik kullanım açısından optimal özelliklere sahip kalsiyum silikat esaslı materyali bulmamıza yardımcı olacaktır.

Kalsiyum silikat esaslı materyallerin en büyük problemlerinden birisi uzun sertleşme süresine sahip olmalarıdır. Materyallerin sertleşme süresi hidrasyon

süreciyle ilgili olduğundan, simanın hidrasyon reaksiyonunun anlaşılması da önemlidir (Liu ve ark. 2020; Zhang ve ark. 2020). Materyallerin hidrasyon reaksiyonunun hızlı olması sertleşme süresinin daha kısa olmasına neden olabilir (Yoo ve ark. 2021). Ancak ilginç bir şekilde sertleşme süresi ve mekanik özellikler ters orantı gösterir (Liu ve ark. 2020; Zhang ve ark. 2020). Toz/likit oranının da siman dayanıklılığı ve sertleşme süresi üzerinde etkileri vardır. Daha fazla sıvı miktarı simanın viskozitesinin azalmasına neden olur ve materyalin sertleşme süresini uzatır. Simanın sıvı miktarının artırılmasının nihai sonucu simanın dayanıklılığında azalmadır. (Salehimehr ve ark. 2017).

Bir materyalin hızlı sertleşmesi ağız boşluğundan kontamine olma riskini ve wash out ihtimalini azaltır. Sonuç olarak kısa sertleşme süresine sahip kalsiyum silikat simanların kullanılması üzerine yerleştirilecek olan restoratif materyalin aynı seansta güvenle yerleştirilebilmesini sağlar (Ber ve ark. 2007; Storm ve ark. 2008). Bu nedenle kısa sertleşme zamanına sahip materyallerin kullanılması, hastanın ünitede geçireceği zamanı kısaltırken ikinci bir seans ihtiyacını da ortadan kaldırdığı için önemlidir. Daha spesifik olarak, biyoaktif materyallerin sertleşme sürecindeki herhangi bir değişiklik, hidroksiapatit tabakasının üretimini ve bu materyallerin biyoaktivitesini de etkileyebilir (Zapf ve ark. 2015).

Vicat iğnesi ve Gilmore iğneleri de dahil olmak üzere, çeşitli iğne boyutları, farklı iğne ağırlıkları ve farklı numune boyutları kullanan çeşitli girinti test yöntemleri mevcuttur. (Neville 1981). İncelenen materyallerin sertleşme süresi, girinti testlerinden biri olan Vicat iğnesi kullanılarak belirlenmiştir. Vicat aparatı kullanarak yaptığımız test sonucunda materyallerin başlangıç ve final sertleşme süreleri belirlendi ancak kullandığımız bu test, klinik kullanım için önemli olan çalışma süresini vermemektedir (Porter ve ark. 2010).

Biodentine'in başlangıç sertleşme süresi üretici tarafından yaklaşık 12 dakika olarak bildirilmiştir. Çalışmamızda Biodentine'in başlangıç sertleşme zamanı $7,00 \pm 0$ dakika olarak bulunurken, final sertleşme süresi $49,00 \pm 0$ dakika olarak bulunmuştur. Literatürde Biodentine'in başlangıç sertleşme süresini 6,5 dakika, 13,1 dakika, 15 dakika ve 30 dakika olarak bildiren farklı çalışmalar mevcuttur (Alhodiry ve ark. 2014; Butt ve ark. 2014; Jang ve ark. 2014; Dawood ve ark. 2015). Biodentine'in final sertleşme süresi yapılan bir çalışmada 45 dakika olarak bildirilirken (Grech ve ark. 2013) başka bir çalışmada ise 85,66 dakika olarak bildirilmiştir (Kaup ve ark.

2015). Materyallerin sertleşme süresinin değerlendirilmesinde farklı girinti testlerinin ve farklı ağırlığa ve çapa sahip iğnelerin kullanılması yapılan testlerde bulunan farklı sonuçların nedeni olabilir.

Üretici firma tarafından BIO MTA+'ın çalışma zamanının 4 dakika olduğu ve bileşiğin yaklaşık 2 saat içinde tamamen sertleştiği bildirilmiştir. Çalışmamızda BIO MTA+'ın başlangıç sertleşme süresi $6\pm 0,01$ dakika olarak bulunurken, final sertleşme süresi $19,40\pm 0,55$ dakika olarak bulunmuştur. Çalışmamızdan elde ettiğimiz veriler materyalin üretici tarafından sağlanan verilere göre daha hızlı sertleştiğini göstermektedir. Ayrıca tez çalışmamızda incelediğimiz materyallerden de final sertleşme zamanı en kısa olan materyal BIO MTA+ olarak bulunmuştur.

Çalışmamızda BIOfactor MTA'nın başlangıç sertleşme zamanı $10,40\pm 0,55$ dakika olarak bulunurken, final sertleşme zamanı ise 36 dakika olarak bulunmuştur. Literatürde BIOfactor MTA'nın sertleşme süresini değerlendiren bir çalışma bulunmamaktadır ancak üretici firma tarafından BIOfactor MTA'nın daha hızlı hidrasyon için daha ince toza sahip olduğu bildirilmiştir. Çalışmamızdan elde ettiğimiz verilere göre başlangıç sertleşme zamanı en uzun olan materyal BIOfactor MTA olarak bulunurken, final sertleşme zamanında BIOfactor MTA'nın ortalama değerlere sahip olduğu görülmüştür.

Kalsiyum silikat esaslı simanlarda, manipülasyon ve sertleşme özelliklerini geliştirmek için katkı maddeleri ve reçinelerin eklenmesi gibi farklı modifikasyonlar önerilmiştir (Karlinsky ve ark. 2006). Biodentine'nin daha kısa sertleşme süresi, karıştırma sıvısında kalsiyum klorür ve toz kısmında kalsiyum karbonat bulunmasına bağlanabilir (Dawood ve ark. 2015). Silikatların hidrasyonunu güçlü bir şekilde hızlandıran ve daha hızlı kristalleşmeye yol açan kalsiyum klorürün simanların gözeneklerine olası penetrasyonu, kalsiyum klorürün sertleşme süresini azaltmadaki rolünün bir açıklaması olabilir (Ramachandran 1996). Ayrıca Biodentine'nin toz kısmı yaklaşık %15 kalsiyum karbonat içerir. Kalsiyum karbonat, kalsiyum silikat hidrat için bir çekirdeklenme alanı görevi görür, hidrasyonu artırarak indüksiyon periyodunun süresini azaltır, böylece daha yoğun bir mikro yapı oluşturur ve simanın sertleşme süresini kısaltır (Camilleri ve ark. 2013).

Yakın zaman önce yapılan bir çalışmada tozun partikül boyutunun küçültülmesinin sertleşme reaksiyonunu hızlandırdığı sonucuna ulaşılmıştır. Ayrıca

çalışmada hem Portland simanı hem de deneysel MTA için, test yönteminin girinti veya reoloji olmasına bakılmaksızın, daha ince parçacıklı simanların daha hızlı sertleşme sürelerine sahip olduğu görülmüştür. Ancak, son sertleşme süresi girinti testi kullanılarak değerlendirildiğinde görülen hızlanma derecesi çok daha az belirgin olmuştur (Ha ve ark. 2016). Üretici firma tarafından BIOfactor MTA'nın daha hızlı hidrasyon için daha ince toza sahip olduğu bildirilmiştir.

Çalışmamızda materyallerin sertleşme süreleri değerlendirilirken girinti testi kullanılmıştır. Kalsiyum silikat esaslı materyallerin sertleşme zamanlarını ölçmek için kullanılan girinti testinin kullanım rahatlığına ve basitliğine rağmen, bu yaklaşımın geçerliliği sorgulanabilir. Bir simanın girinti testinde kullanılan iğnenin ağırlığına direnme kabiliyeti, materyalin sertleşme reaksiyonunun sonuna yaklaşım yaklaşmadığıyla sınırlı olarak ilişkilendirilebilir. Klinik açıdan bakıldığında, küçük bir alandaki nokta yükünden kaynaklanan girinti, dışın içine yerleştirildiğinde materyale uygulanan kuvvetleri yansıtmaz (Ha ve ark. 2016). Ayrıca girinti testleri, sertleşme reaksiyonunun ilerleyişi hakkında hiçbir fikir vermez. Girinti testlerini kullanarak gerçekleştirilen testlerde sertleşme sürelerini yorumlarken sonuçlar, zamanın herhangi bir noktasında "sertleşmiş" veya "sertleşmemiş" olarak ikiye bölünür. Simanın sertleşme reaksiyonları henüz tamamlanmadığında, 'sertleşme' tanımının hatalı bir şekilde 'tamamen tepkimeye girmiş' olarak yorumlanması mümkündür (Ha ve ark. 2016). Girinti testinin bu dezavantajlarından dolayı çalışmamızda materyallerin sertleşme zamanının belirlenmesi için öncelikle reometre kullanılmış olup bu test yönteminden sonuç alınmadığı için sertleşme zamanının ölçülmesinde alternatif bir yöntem olan girinti testi kullanılarak ölçüm sağlanmıştır.

Bir materyalin çözünürlüğü, suya daldırma periyodu sırasında materyalde meydana gelen kütle kaybı olarak tanımlanmaktadır (Carvalho-Junior ve ark. 2007). Biyomateryallerin düşük çözünürlüğe sahip olması olumlu bir özelliktir ve bu özellik materyalin uzun vadeli bakteriyel sızdırmazlığında da etkilidir (Espir ve ark. 2016). Yüksek çözünürlük gösteren materyallerin kullanımı sızdırmazlığın yetersiz olmasına, materyalde boşlukların bulunmasına (Cavenago ve ark. 2014) ve irrite edici reaksiyon ürünlerinin ortaya çıkmasına neden olabilir (Flores ve ark. 2011).

Mevcut çalışmadaki çözünürlük testi metodolojisi daha önce bildirilen çalışmalarda kullanılan yöntemlere göre tasarlanmıştır (Carvalho-Junior ve ark. 2007; Alazrag ve ark. 2020). Çözünürlük, ISO standartları tarafından 24 saatlik bir sürenin ardından değerlendirilmesine rağmen (Espir ve ark. 2016) çözünürlüğü test

etmek için kullanılan en yaygın zaman aralığı 7 gündür (Espir ve ark. 2016; Alazrag ve ark. 2020). Ancak materyallerin çözünürlüğünün daha uzun süreler boyunca değerlendirilmesi materyal özelliklerini anlamak (Espir ve ark. 2016) ve daha kesin sonuçlar elde etmek açısından önemli olabilir (Kaplan ve ark. 1997). Bu nedenle çalışmamızda materyallerin çözünürlüğü 1, 7 ve 30 günlük periyotlardan sonra değerlendirilmiştir.

Çalışmamızda incelen materyallerin çözünürlük değerleri geniş bir çeşitlilik göstermiştir (Tablo 4.6.1.). Çalışmamızdan elde edilen verilere göre 1, 7 ve 30. günlerde meydana gelen çözünürlük yüzdeleri karşılaştırıldığında en yüksek çözünürlük gösteren materyalin BIOfactor MTA olduğu sonucuna ulaşılmıştır. 1. günde en düşük çözünürlük gösteren materyal Biodentine olarak bulunurken, 7. günde Biodentine ve BIO MTA+ arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunamamıştır. 30. gün sonunda en düşük çözünürlük gösteren materyal BIO MTA+ olmuştur. BIO MTA+'ın 30. gün sonunda en düşük çözünürlük gösteren materyal olması, bir önceki ölçüm zamanı olan 7. gündeki çözünürlük yüzdesiyle karşılaştırıldığında materyalde bu zaman aralığında meydana gelen su emilimi ile açıklanabilir. Yapılan bir çalışmada sertleşme süresi uzun olan materyallerin çözünmeye daha duyarlı olduğu bildirilmiştir (Bosso-Martelo ve ark. 2016). BIO MTA+'ın düşük çözünürlüğü sertleşme süresinin diğer materyallere göre daha kısa olması ile açıklanabilir. BIOfactor MTA'nın çözünürlüğü ise zamanla artış gösterme eğilimindedir ve incelenen materyaller arasında tüm zamanlarda en fazla çözünürlüğe sahip olan materyal olarak bulunmuştur. Çalışmamızda Biodentine'in 24 saat sonundaki çözünürlük yüzdesi $6,15 \pm 2,68$ bulunurken literatürde %2,647 ile %11,83 arasında bulunan farklı çözünürlük yüzdeleri rapor edilmiştir (Gandolfi ve ark. 2015; Kaup ve ark. 2015; Alazrag ve ark. 2020; Coaguila-Llerena ve ark. 2020; Al-Sherbiny ve ark. 2021). Biodentine'in çözünürlüğü zamanla artma eğilimi göstermekte ve 30. gün sonunda $15,36 \pm 5,48$ değerine ulaşmaktadır.

Çözünürlüğü belirleme metodolojisi klinik durumu yakından taklit etse de sonuçlar sadece kısmen klinik duruma aktarılabilir. Sulu ortama maruz kalan yüzey alanının çok daha fazla olduğu çalışma koşullarına karşı, klinik durumda ağız içinde kullanılan simanların sadece bir kısmı periapikal sıvılara maruz kalmaktadır (Poggio ve ark. 2007). Ayrıca kalsiyum silikat simanlar vital pulpa tedavisinde kullanıldığında daha az sıvı maruziyeti meydana gelmektedir. Çözünürlük testi standartları, incelenecek materyallerin yalnızca sertleşmesi tamamlandıktan sonra

sıvı içerisine daldırılmasını önermektedir. Bu nedenle çözünürlük testlerinin, materyallerin oral sıvılarla hemen temas halinde olduğu klinik koşullar altında elde edilmesi imkansızdır (Hungaro Duarte ve ark. 2012). Çalışmamızda da çözünürlük testi tüm materyaller tamamen sertleştikten sonra gerçekleştirilmiştir ve bu nedenle, bu test koşulları, materyallerin başlangıç sertleşmesinden önce kullanıldığı herhangi bir klinik durumdan farklıdır.

Bu çalışmadaki çözünürlük testi, distile suda depolamadan sonra kütlede meydana gelen azalma (ağırlık kaybı) hesaplanarak gerçekleştirildi ve sonuçlar, numunenin orijinal ağırlığının yüzdesi olarak ifade edildi. Ancak distile sudaki çözünürlük testinin klinik açıdan anlamlı olup olmadığı tartışılabilir. Çünkü sıvı içinde depolama sırasında materyal parçacıkları simanın yapısından kopabilir (Wilson 1976; Orstavik 1983) veya su emilimi çözülmüş materyali telafi edebilir (Orstavik 1983; Caicedo ve Von Fraunhofer 1988; Kazemi ve ark. 1993). Bu nedenle, çözünürlük testi, kütle artışı gösteren kalsiyum silikat esaslı materyaller gibi hidrofilik materyalleri değerlendirmek için sınırlamalara sahiptir (Parirokh ve Torabinejad 2010; Marciano ve ark. 2016). Ayrıca, suda çözünür bileşenlerin sızması ve klinik/biyolojik koşullarda bileşenlerin sızması ile ilişkili ağırlık kaybı distile sudakinden farklıdır. Vücut sıvılarının varlığı biyoaktif materyallerin yararınadır; kalsiyum çökeltilerinin oluşması gözenekleri doldururarak materyalin kütlelerinin gelişimini sağlar (Gandolfi ve ark. 2011; Gandolfi ve ark. 2013).

Çalışmamızda incelenen materyallerin çözünürlük değerleri yüksek olmasına rağmen, bu çözünürlük sadece çözeltiliye maruz kalan yüzeyde meydana gelir ve göz ardı edilebilir boyutsal değişime neden olur. Öte yandan, sertleşme sırasında kalsiyum hidroksit veya kalsiyum oksit oluşturan MTA veya Biodentine gibi simanların, vital doku ile temas halinde mineralizasyon sürecini iyileştirmek için belirli bir derecede çözünürlük sunması gerektiği unutulmamalıdır. (Vivan ve ark. 2010). Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın gelecekteki çalışmaları, çözünürlüğün klinik iyileşmeye katkıda bulunan faktörlerden biri olup olmadığını daha iyi anlamak için çözünürlük ile remineralizasyon arasındaki ilişkiyi analiz etmeyi amaçlamalıdır.

Boyutsal değişiklik, materyalin sertleşmesi tamamlandıktan sonra meydana gelen büzülme veya genişlemeyi gösterir ve tüm dental materyaller için önemli bir özelliktir (Camilleri ve Mallia 2011). Çözünürlük ve boyutsal değişiklik testlerini

gerçekleştirmek için gerekli olan materyal miktarını azaltmak için önerilen test numunelerinin boyutlarını küçültülerek bir çalışma tasarlanmıştır. Bu çalışma simanların boyutsal değişikliklerinin değerlendirilmesinde test numuneleri üretmek için gerekli olan materyal hacminin azaltılmasının, test edilen yöntemlerin doğruluğunu etkilemediğini göstermiştir (Carvalho-Junior ve ark. 2007). Bundan yola çıkarak çalışmamızda daha küçük boyutta siman örnekleri kullanılarak boyutsal değişim testi yapılmıştır.

Endodontik simanlar ve kök ucu dolgu materyalleri, mikroorganizmaların ve bunların toksik ürünlerinin sızmasını önlemek için boyutsal stabiliteye sahip olmalıdır (Carvalho-Junior ve ark. 2007). Kök ucu dolgu materyallerinin boyutsal stabilitesi, belirli bir süre boyunca suda depolanan silindirik örneklerin uzunluğunda meydana gelen değişimin kaydedilmesiyle ölçülebilir (ISO-6876 2002). Bu testin ana sınırlaması ise materyalde her yönde büzülme veya genişleme gerçekleşebilmesine rağmen (Torres ve ark. 2017) boyutsal değişiklik ölçümlerinin sadece bir yönde gerçekleştirilmesidir (Camilleri ve Mallia 2011). Materyaller sınırlandırılmamış olduğu için yatay yer değiştirme hesaba katılmaz. Ayrıca ölçümün yapıldığı alet hassasiyeti (1 mm) materyalde meydana gelen küçük değişiklikleri kaydetmek için yeterli olmayabilir (Camilleri 2011). Bu nedenle, diğer yazarlar, silindirik metal kalıpların kullanımı ve ayrıca doğrusal değişken diferansiyel dönüştürücü (LVDT) gibi hassas kayıt cihazlarının kullanılması yoluyla boyut değişikliklerini yatay olarak kısıtlayarak ölçülmesini sağlayan çeşitli metodolojiler önerdiler (Storm ve ark. 2008; Camilleri ve Mallia 2011). Ancak çalışmamızda dijital kumpas kullanılarak sadece bir yönde meydana gelen boyutsal değişiklik ölçülmüştür.

Çalışmamızdan elde edilen bulgulara göre ilk 24 saat sonunda gerçekleştirilen ölçümde, her üç materyalde de genişleme meydana geldiği görülmüştür. Bu durum, hidrasyon sürecinde, su moleküllerinin çimento parçacıkları ile difüzyonuna ve kimyasal bağlanmasına yol açarak, zaman geçtikçe genişlemeye devam eden yarı katı bir koloidal silika kütlesi oluşturmasına bağlanabilir (Camilleri 2008). 30 gün sonra gerçekleştirilen ölçümde ise BIOfactor MTA ve BIO MTA+ genişlemeye devam ederken, Biodentine'de büzülme meydana geldiği görülmüştür. Kalsiyum silikat esaslı simanların sertleşme süreleri boyunca meydana gelen genişmeleri suya bağlıdır ve bu da simanın ortamdan su emme kapasitesi ve manipülasyonları sırasında hidratların oluşumunda suyun kullanımı ile doğrudan ilişkilidir (Gandolfi ve ark. 2009). Bu hidrasyon kapasitesi ne kadar büyük olursa, çimento sertleşmesi o

kadar eksiksiz olacak ve özellikleri o kadar tatmin edici olacaktır (Bortoluzzi ve ark. 2019).

Boyutsal değişim, sertleşme zamanından etkilenir ve sertleşme zamanındaki artış, boyutsal stabilitede azalma ile sonuçlanır (Charland ve ark. 2013). Sertleşme reaksiyonu sırasında yavaş genişleme, simanın kavite duvarları ile uyumunu artırarak sızdırmazlığı iyileştirebilir; bununla birlikte, kök ucu dolgu materyallerinin hızlı genişmesi, apikal uçtaki ince duvarlarda çatlakların oluşmasına neden olabilir. Öte yandan, büzülme, marjinal adaptasyon kaybına neden olarak sızıntıya neden olur (Storm ve ark. 2008; Asgary ve ark. 2009; Camilleri 2009; Gandolfi ve ark. 2009). Test edilen materyallerin kökte çatlak veya kırık oluşturma riskini artırmadan kök kanallarını etkili bir şekilde kapatıp kapatmadığını belirlemek için daha fazla test gereklidir.

Çalışmamızda kullanılan materyallerin boyutsal değişikliği sadece distile suda değerlendirilmiş olup farklı solüsyonlar kullanılmamıştır. Ancak önceki çalışmalar MTA'nın farklı sıvı bulunan ortamlara maruz kaldığında farklı sertleşme genişmesi gösterdiğini bulmuşlardır (Storm ve ark. 2008; Gandolfi ve ark. 2009). Bu nedenle materyallerin farklı lokal ortamlarda meydana gelen boyutsal değişimini belirlemek için daha ileri çalışmalara ihtiyaç vardır.

Üç boyutlu (3D) optik profilometrenin kullanımı diş hekimliğinde restoratif prosedürlerin (Wilder Jr ve ark. 2000) ve aşınmış dental yüzeylerin (Attin ve ark. 2009) değerlendirilmesinde popülerlik kazanmıştır. Bir 3D optik profilometre, büyüklük olarak <1 nm'den 20000 µm'ye kadar geniş bir yüzey alanını kaydedebilir. Ayrıca, herhangi bir numune hazırlığı yapmadan farklı zaman noktalarında tekrarlanabilir analizlere izin verir. Aynı zamanda, bilinen bir referans düzleme göre yükseklik değişimlerinin ölçülmesine de izin verir (Aksel ve ark. 2018).

Bu metodoloji özellikle endodontide, MTA'nın ultrastrüktürel özellikleri üzerinde farklı irrigasyon solüsyonlarının etkilerini değerlendirmek için kullanılmıştır (Smith ve ark. 2007). 2009 yılında, aşınmış dentin ve mine yüzeylerinin kurutulmasının etkisini değerlendirmek için 3D profilometre kullanılarak bir çalışma yapılmış ve bu yöntemin yüksek çözünürlüklü görüntüler ve doğru analizler sağladığı gözlemlenmiştir (Attin ve ark. 2009). Bu çalışmada da Biodentine, BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın yüzey pürüzlülüğünü değerlendirmek için 3D optik profilometre kullanılmıştır.

Farklı oral koşullar, materyallerin yüzey özelliklerini etkileyebilir (Camilleri ve ark. 2013). Kullanılacak olan materyallerin klinik uygulamalar için uygun olup olmadığını materyallerin yerleştirileceği lokal fizikokimyasal ortam belirler (Lee ve ark. 2004). MTA ve Biodentine gibi kalsiyum silikat simanlar, endodontik uygulamalar için kullanıldığında genellikle vücut sıvıları ve nem ile temas eder ve bu materyaller kan, plazma ve diğer sıvıların varlığında sertleşmeye başlayabilir (Gandolfi ve ark. 2009). Bu materyaller, adeziv restorasyonların altında kavite liner olarak kullanıldığında ise nispeten kuru koşullarda yerleştirilirler (Gandolfi ve ark. 2012).

Klinik koşullarda, MTA ve Biodentine'in dentin ile etkileşimi, biyoaktif dentin matris bileşenlerinin çözünmesi ve karbonatlı apatit çökeltilerinin oluşması nedeniyle biyomineralizasyon sürecini teşvik eder (Zhang ve ark. 2009). Yapılan çalışmalarla MTA'nın fiziksel ve kimyasal özellikleri kapsamlı bir şekilde araştırılmış (Parirokh ve Torabinejad 2010) ve biyoaktivitesi doğrulanmıştır (Sarkar ve ark. 2005). Kalsiyum silikat esaslı materyallerin biyoyumluluğu ve biyoaktivitesi, pulpa kaplama prosedürleri (Luo ve ark. 2014), rejeneratif endodonti (Schneider ve ark. 2014) veya apikal plug oluşumundan sonra periapikal iyileşme sırasında hücre bağlanması ve odonto- / osteojenik aktivite için bir mikro ortam sağlar (Felippe ve ark. 2006). Önceki çalışmalar, pürüzlü bir yüzeyin, materyal-hücre etkileşimini artırarak hücrelerin bağlanmasını ve çoğalmasını destekleyebildiğini göstermiştir (Shi ve ark. 2012; Attik ve ark. 2014). Ayrıca materyaller kalsiyum iyonları salabilir ve materyal yüzeyinde kalsiyum birikmesi yüzey pürüzlülüğünü artırarak yüzeyde hidroksiapatit oluşumuna neden olur (Formosa ve ark. 2012). Bununla birlikte, aşırı yüzey pürüzlülüğü materyallerin dayanıklılığı ve sızdırmazlığı üzerinde olumsuz bir etkiye de sahip olabilir (Aksel ve ark. 2018). Çalışmamızda materyallerin yüzey pürüzlülüğünün karşılaştırılması için yapılan analiz sonucunda en yüksek yüzey pürüzlülüğünün BIOfactor MTA'da olduğu görülmüştür. Biodentine ve BIO MTA+'ın yüzey pürüzlülüğünün BIOfactor MTA'ya göre daha düşük olduğu bulunmuş ancak bu iki materyal arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunamamıştır.

ProRoot MTA ve Biodentine'in farklı ortamlarda yüzey pürüzlülüğünü değerlendirmek için optik profilometre kullanılarak bir çalışma yapılmıştır. Bu çalışmada kuru, ıslak ve kan bulunan ortamların materyallerin yüzey pürüzlülüğü değişiklikleri üzerinde zamana bağlı bir etkiye sahip olduğu ancak asidik koşulların

materyallerin pürüzlülüğünü etkilemediği gösterilmiştir (Aksel ve ark. 2018). Çalışmamızda yüzey pürüzlülüğü ölçümleri tek bir ortamda gerçekleştirilmiştir. Farklı lokal ortamlar materyallerin yüzey özelliklerini etkileyebileceği için materyaller üzerinde daha fazla çalışma yapılmasına ihtiyaç vardır.



6.SONUÇ ve ÖNERİLER

Çalışmamızda yeni piyasaya sürülen kalsiyum silikat esaslı simanlar olan BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın kimyasal analizleri gerçekleştirilmiş olup bu materyallerin basma dayanımı, sertleşme süresi, çözünürlük, boyutsal değişim ve yüzey pürüzlülüğü literatürde adı sıklıkla geçen Biodentine ile karşılaştırılmıştır. Bu *in vitro* çalışmayla elde edilen bulgular dahilinde elde edilen sonuç ve öneriler aşağıda sunulmuştur.

✓ Çalışmamızda gerçekleştirilen XRD analizi sonucunda her üç materyalde de kalsiyum silikat fazları ve farklı radyopaklaştırıcı bileşikler bulunduğu gösterilmiştir. Biodentine'de radyopaklaştırıcı olarak zirkonyum oksit bulunurken, BIO MTA+'da bizmut oksit ve zirkonyum oksit bulunmuştur. BIOfactor MTA'da ise radyopaklaştırıcı ajan olarak yiterbiyum oksit bulunmaktadır.

✓ Materyallerin SEM görüntüleri incelendiğinde Biodentine örneklerinde dikensi kristaller, BIO MTA+ örneklerinde kümelenmiş kristalize partiküllerden oluşan homojen bir yapı ve BIOfactor MTA örneklerinde ise üst üste yığılmış yaprak şeklinde düzensiz kristalli bir yapı izlenmektedir. İncelenen materyallerin SEM-EDX analizi sonucunda karbon, oksijen ve kalsiyum elementleri ortak olarak bulunmuştur.

✓ Çalışmamızın tüm sınırlılıkları dahilinde, basma dayanımı açısından değerlendirildiğinde gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunamamıştır.

✓ Üç farklı materyal arasında başlangıç sertleşme süresi en uzun olan materyal BIOfactor MTA olarak bulunmuştur. BIO MTA+ ve Biodentine'in başlangıç sertleşme süreleri arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunamamıştır. Final sertleşme süresi testinde en kısa sertleşme süresine BIO MTA+, en uzun süreye ise Biodentine grubunun sahip olduğu görülmüştür.

✓ Materyallerin distile su içerisindeki çözünürlük düzeyleri karşılaştırıldığında Biodentine ve BIOfactor MTA'nın çözünürlüğünün zaman içerisinde arttığı gözlemlenmiştir. 30 gün sonunda en yüksek çözünürlüğün BIOfactor MTA'da olduğu, en düşük çözünürlüğe sahip materyalin ise BIO MTA+ olduğu bulunmuştur.

✓ Materyallerin boyutsal deęişimleri karşılaştırıldığında BIO MTA+ ve BIOfactor MTA'nın boyutsal deęişiminin zamanla arttığı görülmüştür. Yapılan boyutsal deęişim testinde en yüksek boyutsal deęişim BIO MTA+'da görülürken, en az boyutsal deęişim ise Biodentine'de görülmüştür. Çalışmamızdan elde edilen bulgulara göre Biodentine'in boyutsal deęişiminin ise zamanla azaldığı görülmüştür.

✓ Materyallerin yüzey pürüzlülükleri karşılaştırıldığında en yüksek deęer BIOfactor MTA'da bulunurken, Biodentine ve BIO MTA+ arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunamamıştır

BIOfactor MTA, BIO MTA+ ve Biodentine ile karşılaştırıldığında benzer basma dayanımı, ortalama sertleşme süresi ve boyutsal stabilite, yüksek çözünürlük ve yüzey pürüzlülüęü sergilemektedir. Çalışmamızdan elde edilen bulgular dahilinde yerli bir ürün olan ve dięer ürünlere göre daha az maliyetli bir ürün gibi görünen BIOfactor MTA'nın vital pulpa tedavilerinde klinik kullanım için alternatif bir materyal olabileceğini söyleyebiliriz. Ancak bu materyalin vital pulpa tedavilerinde ya da rejeneratif tedavilerde kullanılacağı durumlarda biyouyumluluęu ve biyoaktivitesi hakkında daha fazla araştırma yapılmasına ihtiyaç vardır.

7. KAYNAKLAR

- Accorinte M, Loguercio AD, Reis A *et al.* Response of human dental pulp capped with MTA and calcium hydroxide powder. *Oper Dent.* 2008; 33(5): 488-95.
- Aeinehchi M, Eslami B, Ghanbariha M, Saffar A. Mineral trioxide aggregate (MTA) and calcium hydroxide as pulp-capping agents in human teeth: a preliminary report. *Int Endod J.* 2003; 36(3): 225-31.
- Akbari M, Zebarjad SM, Nategh B, Rouhani A. Effect of nano silica on setting time and physical properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2013; 39(11): 1448-51.
- Akbulut MB, Bozkurt DA, Terlemez A, Akman M. The push-out bond strength of BIOfactor mineral trioxide aggregate, a novel root repair material. *Restor Dent Endod.* 2019; 44(1): e5.
- Akhlaghi N, Khademi A. Outcomes of vital pulp therapy in permanent teeth with different medicaments based on review of the literature. *Dent Res J.* 2015; 12(5): 406.
- Aksel H, Küçükkaya Eren S, Askerbeyli Örs S, Karaismailoğlu E. Surface and vertical dimensional changes of mineral trioxide aggregate and biodentine in different environmental conditions. *J Appl Oral Sci.* 2018; 27:1-8.
- Al-Hiyasat AS, Barrieshi-Nusair KM, Al-Omari MA. The radiographic outcomes of direct pulp-capping procedures performed by dental students: a retrospective study. *J Am Dent Assoc.* 2006; 137(12): 1699-705.
- Al-Sherbiny IM, Farid MH, Abu-Seida AM, Motawea IT, Bastawy HA. Chemico-physical and mechanical evaluation of three calcium silicate-based pulp capping materials. *Saudi Dent J.* 2021; 33(4): 207-14.
- Alazrag MA, Abu-Seida AM, M. EBK, H. EAS. Marginal adaptation, solubility and biocompatibility of TheraCal LC compared with MTA-angelus and biodentine as a furcation perforation repair material. *BMC Oral Health.* 2020; 20(1): 298.
- Alhodiry W, Lyons M, Chadwick R. Effect of saliva and blood contamination on the bi-axial flexural strength and setting time of two calcium-silicate based cements: Portland cement and biodentine. *Eur J Prosthodont Restor Dent.* 2014; 22(1): 20-3.
- Allen AJ, Thomas JJ, Jennings HM. Composition and density of nanoscale calcium-silicate-hydrate in cement. *Nat Mater.* 2007; 6(4): 311-6.
- American Association of Endodontists (2003) *Glossary of endodontic terms*: American Association of Endodontists.
- Antonijevic D, Jeschke A, Colovic B *et al.* Addition of a fluoride-containing radiopacifier improves micromechanical and biological characteristics of modified calcium silicate cements. *J Endod.* 2015; 41(12): 2050-7.
- Antonijevic D, Medigovic I, Zrilic M *et al.* The influence of different radiopacifying agents on the radiopacity, compressive strength, setting time, and porosity of Portland cement. *Clin Oral Investig.* 2014; 18(6): 1597-604.
- Arcís RW, López-Macipe A, Toledano M *et al.* Mechanical properties of visible light-cured resins reinforced with hydroxyapatite for dental restoration. *Dent Mater.* 2002; 18(1): 49-57.
- Ari H, Erdemir A, Belli S. Evaluation of the effect of endodontic irrigation solutions on the microhardness and the roughness of root canal dentin. *J Endod.* 2004; 30(11): 792-5.
- Arikatla SK, Chalasani U, Mandava J, Yelisela RK. Interfacial adaptation and penetration depth of bioceramic endodontic sealers. *J Conserv Dent.* 2018; 21(4): 373-7.
- Asgary S, Ahmadyar M. Vital pulp therapy using calcium-enriched mixture: An evidence-based review. *J Conserv Dent.* 2013; 16(2): 92.
- Asgary S, Eghbal MJ, Parirokh M *et al.* Comparison of mineral trioxide aggregate's composition with Portland cements and a new endodontic cement. *J Endod.* 2009; 35(2): 243-50.
- Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Brink F. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2005; 31(2): 101-3.

- ASTM-C266-08 (2008) Standard test method for time of setting of hydraulic-cement paste by gilmore needles. West Conshohocken (PA): ASTM International.
- Atas O, Aras A. Investigation of the change in color caused by the contact of calcium silicate-based materials with endodontic irrigation solutions. *Journal of Dental Research and Review*. 2021; 8(2): 82.
- Attik G, Villat C, Hallay F *et al*. In vitro biocompatibility of a dentine substitute cement on human MG 63 osteoblasts cells: Biodentine™ versus MTA®. *Int Endod J*. 2014; 47(12): 1133-41.
- Attin T, Becker K, Roos M, Attin R, Paqué F. Impact of storage conditions on profilometry of eroded dental hard tissue. *Clin Oral Investig*. 2009; 13(4): 473-8.
- Auschill TM, Arweiler NB, Hellwig E, Zamani-Alaei A, Sculean A. Success rate of direct pulp capping with calcium hydroxide. *Schweiz Monatsschr Zahnmed*. 2003; 113(9): 946-52.
- Bastawala DS, Kapoor S, Nathani P. A Comparison of Coronal Tooth Discoloration Elicited by Various Endodontic Reparative Materials MTA Plus, Bio MTA+, and Biodentine: An Ex Vivo Study. *Int J Clin Pediatr Dent*. 2020; 13(5): 463-7.
- Basturk FB, Nekoofar MH, Günday M, Dummer PM. The effect of various mixing and placement techniques on the compressive strength of mineral trioxide aggregate. *J Endod*. 2013; 39(1): 111-4.
- Baume LJ, Holz J. Long term clinical assessment of direct pulp capping. *Int Dent J*. 1981; 31(4): 251-60.
- Belío-Reyes IA, Bucio L, Cruz-Chavez E. Phase composition of ProRoot mineral trioxide aggregate by X-ray powder diffraction. *J Endod*. 2009; 35(6): 875-8.
- Bentz DP. Three-dimensional computer simulation of Portland cement hydration and microstructure development. *J Am Ceram Soc*. 1997; 80(1): 3-21.
- Ber BS, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of ProRoot MTA to improve handling characteristics and decrease setting time. *J Endod*. 2007; 33(10): 1231-4.
- Bergenholtz G, Axelsson S, Davidson T *et al*. Treatment of pulps in teeth affected by deep caries—A systematic review of the literature. *Singapore Dent J*. 2013; 34(1): 1-12.
- Bogen G, Kim JS, Bakland LK. Direct pulp capping with mineral trioxide aggregate: an observational study. *J Am Dent Assoc*. 2008; 139(3): 305-15.
- Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM *et al*. The influence of calcium chloride on the setting time, solubility, disintegration, and pH of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with a radiopacifier. *J Endod*. 2009; 35(4): 550-4.
- Bortoluzzi EA, de Araujo TC, Neis ACC *et al*. Effect of different water-to-powder ratios on the dimensional stability and compressive strength of mineral aggregate-based cements. *Eur Oral Res*. 2019; 53(2): 94-8.
- Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM, Viapiana R *et al*. Physicochemical properties of calcium silicate cements associated with microparticulate and nanoparticulate radiopacifiers. *Clin Oral Investig*. 2016; 20(1): 83-90.
- Boumiz A, Vernet C, Tenoudji FC. Mechanical properties of cement pastes and mortars at early ages: Evolution with time and degree of hydration. *Adv Cem Based Mater*. 1996; 3(3-4): 94-106.
- Butt N, Talwar S, Chaudhry S *et al*. Comparison of physical and mechanical properties of mineral trioxide aggregate and Biodentine. *Indian J Dent Res*. 2014; 25(6): 692.
- Caicedo R, Von Fraunhofer J. The properties of endodontic sealer cements. *J Endod*. 1988; 14(11): 527-34.
- Calışkan M. Pulpotomy of carious vital teeth with periapical involvement. *Int Endod J*. 1995; 28(3): 172-6.
- Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*. 2007; 40(6): 462-70.
- Camilleri J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J*. 2008; 41(5): 408-17.

- Camilleri J. The chemical composition of mineral trioxide aggregate. *J Conserv Dent.* 2008; 11(4): 141.
- Camilleri J. The physical properties of accelerated Portland cement for endodontic use. *Int Endod J.* 2008; 41(2): 151-7.
- Camilleri J. Evaluation of selected properties of mineral trioxide aggregate sealer cement. *J Endod.* 2009; 35(10): 1412-7.
- Camilleri J. Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Dent Mater.* 2011; 27(8): 836-44.
- Camilleri J. Evaluation of the effect of intrinsic material properties and ambient conditions on the dimensional stability of white mineral trioxide aggregate and Portland cement. *J Endod.* 2011; 37(2): 239-45.
- Camilleri J. Investigation of Biodentine as dentine replacement material. *J Dent.* 2013; 41(7): 600-10.
- Camilleri J, Cutajar A, Mallia B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-end filling material. *Dent Mater.* 2011; 27(8): 845-54.
- Camilleri J, Formosa L, Damidot D. The setting characteristics of MTA Plus in different environmental conditions. *Int Endod J.* 2013; 46(9): 831-40.
- Camilleri J, Gandolfi M. Evaluation of the radiopacity of calcium silicate cements containing different radiopacifiers. *Int Endod J.* 2010; 43(1): 21-30.
- Camilleri J, Grech L, Galea K *et al.* Porosity and root dentine to material interface assessment of calcium silicate-based root-end filling materials. *Clin Oral Investig.* 2014; 18(5): 1437-46.
- Camilleri J, Kralj P, Veber M, Sinagra E. Characterization and analyses of acid-extractable and leached trace elements in dental cements. *Int Endod J.* 2012; 45(8): 737-43.
- Camilleri J, Mallia B. Evaluation of the dimensional changes of mineral trioxide aggregate sealer. *Int Endod J.* 2011; 44(5): 416-24.
- Camilleri J, Montesin FE, Brady K *et al.* The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dent Mater.* 2005; 21(4): 297-303.
- Camilleri J, Pitt Ford T. Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material. *Int Endod J.* 2006; 39(10): 747-54.
- Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dent Mater.* 2013; 29(5): 580-93.
- Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB *et al.* Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. *J Endod.* 2007; 33(9): 1110-6.
- Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA *et al.* Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2014; 47(2): 120-6.
- Cerkamed (2021) BioMta+. https://cerkamed.com/wp-content/uploads/2021/09/im-ibmta-13.08.2021_5.pdf URL
- Chacko DV, Kurikose DS. Human pulpal response to mineral trioxide aggregate (MTA): a histologic study. *J Clin Pediatr Dent.* 2006; 30(3): 203-9.
- Charland T, Hartwell GR, Hirschberg C, Patel R. An evaluation of setting time of mineral trioxide aggregate and EndoSequence root repair material in the presence of human blood and minimal essential media. *J Endod.* 2013; 39(8): 1071-2.
- Chen Y-Z, Lü X-Y, Liu G-D. Effects of different radio-opacifying agents on physicochemical and biological properties of a novel root-end filling material. *PLoS One.* 2018; 13(2): e0191123.
- Cho BH, Dickens SH, Bae J-H *et al.* Effect of interfacial bond quality on the direction of polymerization shrinkage flow in resin composite restorations. *Oper Dent.* 2002; 27(3): 297-304.
- Cho S-Y, Seo D-G, Lee S-J *et al.* Prognostic factors for clinical outcomes according to time after direct pulp capping. *J Endod.* 2013; 39(3): 327-31.

- Chong W, Swartz ML, Phillips R. Displacement of cement bases by amalgam condensation. *J Am Dent Assoc.* 1967; 74(1): 97-102.
- Coaguila-Llerena H, Ochoa-Rodríguez VM, Castro-Núñez GM *et al.* Physicochemical properties of a bioceramic repair material-BioMTA. *Braz Dent J.* 2020; 31: 511-5.
- Cohen B, Combe E. Development of new adhesive pulp capping materials. *Dent update.* 1994; 21(2): 57-62.
- Coleman NJ, Nicholson JW, Awosanya K. A preliminary investigation of the in vitro bioactivity of white Portland cement. *Cem Concr Res.* 2007; 37(11): 1518-23.
- Collares FM, Leitune VC, Rostirolla FV *et al.* Nanostructured hydroxyapatite as filler for methacrylate-based root canal sealers. *Int Endod J.* 2012; 45(1): 63-7.
- Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radiopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. *J Endod.* 2007; 33(3): 295-8.
- Coreño A J, Coreño A O, Cruz R J, Rodríguez C C. Mechanochemical synthesis of nanocrystalline carbonate-substituted hydroxyapatite. *Opt Mater.* 2005; 27(7): 1281-5.
- Costa BC, Guerreiro-Tanomaru JM, Bosso-Martelo R *et al.* Ytterbium oxide as radiopacifier of calcium silicate-based cements. Physicochemical and biological properties. *Braz Dent J.* 2018; 29: 452-8.
- Cox C, Sübay R, Ostro E, Suzuki S, Suzuki S. Tunnel defects in dentin bridges: their formation following direct pulp capping. *Oper Dent.* 1996; 21(1): 4-11.
- Craig R, Peyton F. Elastic and mechanical properties of human dentin. *J Dent Res.* 1958; 37(4): 710-8.
- Cutajar A, Mallia B, Abela S, Camilleri J. Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. *Dent Mater.* 2011; 27(9): 879-91.
- Czarnecka B, Coleman NJ, Shaw H, Nicholson JW. The use of mineral trioxide aggregate in endodontics—status report. *Dent. Med. Probl.* 2008; 45(1): 5-11.
- da Rosa WL, Cocco AR, Silva TMd *et al.* Current trends and future perspectives of dental pulp capping materials: A systematic review. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2018; 106(3): 1358-68.
- Dammaschke T, Leidinger J, Schäfer E. Long-term evaluation of direct pulp capping—treatment outcomes over an average period of 6.1 years. *Clin Oral Investig.* 2010; 14(5): 559-67.
- Darvell B, Wu R. “MTA”—an hydraulic silicate cement: review update and setting reaction. *Dent Mater.* 2011; 27(5): 407-22.
- Dawood A, Manton D, Parashos P *et al.* The physical properties and ion release of CPP-ACP-modified calcium silicate-based cements. *Aust Dent J.* 2015; 60(4): 434-44.
- del Carmen Jiménez-Sánchez M, Segura-Egea J-J, Díaz-Cuenca A. Physicochemical parameters-hydration performance relationship of the new endodontic cement MTA Repair HP. *J Clin Exp Dent.* 2019; 11(8): e739.
- Dominguez MS, Witherspoon DE, Gutmann JL, Opperman LA. Histological and scanning electron microscopy assessment of various vital pulp-therapy materials. *J Endod.* 2003; 29(5): 324-33.
- Draheim RN, Murrey AJ. Compressive strength of two calcium hydroxide bases. *J Prosthet Dent.* 1985; 54(3): 365-6.
- Duarte MAH, D'arc de Oliveira El G, Vivan RR *et al.* Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. *J Endod.* 2009; 35(5): 737-40.
- Ducheyne P, Ei-Ghannam A, Shapiro I. Effect of bioactive glass templates on osteoblast proliferation and in vitro synthesis of bone-like tissue. *J Cell Biochem.* 1994; 56(2): 162-7.
- Duncan H, Galler K, Tomson P *et al.* European Society of Endodontology position statement: Management of deep caries and the exposed pulp. *Int Endod J.* 2019; 52(7): 923-34.

- Dunne N, Orr J, Mushipe M, Eveleigh R. The relationship between porosity and fatigue characteristics of bone cements. *Biomaterials*. 2003; 24(2): 239-45.
- Endodontology ESo. Quality guidelines for endodontic treatment: consensus report of the European Society of Endodontology. *Int Endod J*. 2006; 39(12): 921-30.
- Espir CG, Guerreiro-Tanomaru JM, Spin-Neto R *et al*. Solubility and bacterial sealing ability of MTA and root-end filling materials. *J Appl Oral Sci*. 2016; 24: 121-5.
- Felippe W, Felippe M, Rocha M. The effect of mineral trioxide aggregate on the apexification and periapical healing of teeth with incomplete root formation. *Int Endod J*. 2006; 39(1): 2-9.
- Flores D, Rached-Júnior F, Versiani M *et al*. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. *Int Endod J*. 2011; 44(2): 126-35.
- Formosa L, Mallia B, Bull T, Camilleri J. The microstructure and surface morphology of radiopaque tricalcium silicate cement exposed to different curing conditions. *Dent Mater*. 2012; 28(5): 584-95.
- Formosa L, Mallia B, Camilleri J. The effect of curing conditions on the physical properties of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Int Endod J*. 2012; 45(4): 326-36.
- Fuks AB. Vital pulp therapy with new materials for primary teeth: new directions and treatment perspectives. *J Endod*. 2008; 34(7): S18-24.
- Gancedo-Caravia L, Garcia-Barbero E. Influence of humidity and setting time on the push-out strength of mineral trioxide aggregate obturations. *J Endod*. 2006; 32(9): 894-6.
- Gandolfi M, Siboni F, Prati C. Chemical–physical properties of TheraCal, a novel light-curable MTA-like material for pulp capping. *Int Endod J*. 2012; 45(6): 571-9.
- Gandolfi MG, Ciapetti G, Taddei P *et al*. Apatite formation on bioactive calcium-silicate cements for dentistry affects surface topography and human marrow stromal cells proliferation. *Dent Mater*. 2010; 26(10): 974-92.
- Gandolfi MG, Iacono F, Agee K *et al*. Setting time and expansion in different soaking media of experimental accelerated calcium-silicate cements and ProRoot MTA. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2009; 108(6): e39-45.
- Gandolfi MG, Iezzi G, Piattelli A, Prati C, Scarano A. Osteoinductive potential and bone-bonding ability of ProRoot MTA, MTA Plus and Biodentine in rabbit intramedullary model: Microchemical characterization and histological analysis. *Dent Mater*. 2017; 33(5): e221-e38.
- Gandolfi MG, Siboni F, Botero T *et al*. Calcium silicate and calcium hydroxide materials for pulp capping: biointeractivity, porosity, solubility and bioactivity of current formulations. *J Appl Biomater Funct Mater*. 2015; 13(1): 43-60.
- Gandolfi MG, Van Landuyt K, Taddei P *et al*. Environmental scanning electron microscopy connected with energy dispersive x-ray analysis and Raman techniques to study ProRoot mineral trioxide aggregate and calcium silicate cements in wet conditions and in real time. *J Endod*. 2010; 36(5): 851-7.
- Ghilotti J, Sanz JL, López-García S *et al*. Comparative Surface Morphology, Chemical composition, and cytocompatibility of bio-c repair, biodentine, and proroot MTA on hDPCs. *Materials*. 2020; 13(9): 2189.
- Ghoddusi J, Forghani M, Parisay I. New approaches in vital pulp therapy in permanent teeth. *Iran Endod J*. 2014; 9(1): 15.
- Govindaraju L, Neelakantan P, Gutmann JL. Effect of root canal irrigating solutions on the compressive strength of tricalcium silicate cements. *Clin Oral Investig*. 2017; 21(2): 567-71.
- Graham L, Cooper PR, Cassidy N *et al*. The effect of calcium hydroxide on solubilisation of bio-active dentine matrix components. *Biomaterials*. 2006; 27(14): 2865-73.
- Grazziotin-Soares R, Nekoofar M, Davies T *et al*. Effect of bismuth oxide on white mineral trioxide aggregate: chemical characterization and physical properties. *Int Endod J*. 2014; 47(6): 520-33.
- Grech L, Mallia B, Camilleri J. Characterization of set Intermediate Restorative Material, Biodentine, Bioaggregate and a prototype calcium silicate cement for use as root-end filling materials. *Int Endod J*. 2013; 46(7): 632-41.

- Grech L, Mallia B, Camilleri J. Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials. *Dent Mater*. 2013; 29(2): e20-e8.
- Ha WN, Nicholson T, Kahler B, Walsh LJ. Methodologies for measuring the setting times of mineral trioxide aggregate and Portland cement products used in dentistry. *Acta Biomater Odontol Scand*. 2016; 2(1): 25-30.
- Ha WN, Nicholson TM, Kahler B, Walsh LJ. Rheological characterization as an alternative method to indentation for determining the setting time of restorative and endodontic cements. *Materials*. 2017; 10(12): 1451.
- Han L, Okiji T. Uptake of calcium and silicon released from calcium silicate-based endodontic materials into root canal dentine. *Int Endod J*. 2011; 44(12): 1081-7.
- Han L, Okiji T, Okawa S. Morphological and chemical analysis of different precipitates on mineral trioxide aggregate immersed in different fluids. *Dent Mater J*. 2010; 29(5): 512-7.
- Hegde S, Sowmya B, Mathew S *et al*. Clinical evaluation of mineral trioxide aggregate and biodentine as direct pulp capping agents in carious teeth. *J Conserv Dent*. 2017; 20(2): 91.
- Hench LL, Wilson J. Surface-active biomaterials. *Science*. 1984; 226(4675): 630-6.
- Hilton TJ. Keys to clinical success with pulp capping: a review of the literature. *Oper Dent*. 2009; 34(5): 615-25.
- Hsieh S-C, Teng N-C, Lin Y-C *et al*. A novel accelerator for improving the handling properties of dental filling materials. *J Endod*. 2009; 35(9): 1292-5.
- Hungaro Duarte MA, Minotti PG, Rodrigues CT *et al*. Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white Portland cement and white mineral trioxide aggregate. *J Endod*. 2012; 38(3): 394-7.
- Ingle JI, Bakland LK, Baumgartner JC (2008) *Ingle's Endodontics*, Hamilton, Ontario Elsevier.
- Ishikawa K, Miyamoto Y, Takechi M *et al*. Non-decay type fast-setting calcium phosphate cement: hydroxyapatite putty containing an increased amount of sodium alginate. *J Biomed Mater Res*. 1997; 36(3): 393-9.
- Islam I, Chng H, Yap A. X-ray diffraction analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Int Endod J*. 2006; 39(3): 220-5.
- Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and portland cement. *J Endod*. 2006; 32(3): 193-7.
- International Standard Organisation. 2002. ISO-6876, Dental root canal sealing materials.
- International Standard Organisation. 2012. ISO-6876, Dental root canal sealing materials.
- International Standard Organisation. 2007. ISO-9917-1, Dentistry-water-based cements. *part 1: powder/liquid acid-base cements*.
- Jang Y-E, Lee B-N, Koh J-T *et al*. Cytotoxicity and physical properties of tricalcium silicate-based endodontic materials. *Restor Dent Endod*. 2014; 39(2): 89-94.
- Justnes H, Nygaard EC. Technical calcium nitrate as set accelerator for cement at low temperatures. *Cem Concr Res*. 1995; 25(8): 1766-74.
- Kaplan A, Goldberg F, Artaza L, De Silvio A, Macchi R. Disintegration of endodontic cements in water. *J Endod*. 1997; 23(7): 439-41.
- Karlinsey RL, Yi K, Duhn CW. Nucleation and growth of apatite by a self-assembled polycrystalline bioceramic. *Bioinspir. Biomim*. 2006; 1(1): 12.
- Katge FA, Patil DP. Comparative analysis of 2 calcium silicate-based cements (Biodentine and Mineral Trioxide Aggregate) as direct pulp-capping agent in young permanent molars: a split mouth study. *J Endod*. 2017; 43(4): 507-13.
- Kaup M, Schäfer E, Dammaschke T. An in vitro study of different material properties of Biodentine compared to ProRoot MTA. *Head Face Med*. 2015; 11(1): 1-8.

- Kaur M, Singh H, Dhillon JS, Batra M, Saini M. MTA versus Biodentine: review of literature with a comparative analysis. *J Clin Diagn Res.* 2017; 11(8): ZG01.
- Kayahan M, Nekoofar MH, Kazandağ M *et al.* Effect of acid-etching procedure on selected physical properties of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2009; 42(11): 1004-14.
- Kayahan MB, Nekoofar MH, McCann A *et al.* Effect of acid etching procedures on the compressive strength of 4 calcium silicate-based endodontic cements. *J Endod.* 2013; 39(12): 1646-8.
- Kazemi RB, Safavi KE, Spångberg LS. Dimensional changes of endodontic sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1993; 76(6): 766-71.
- Khandelwal A, Karthik J, Nadig RR, Jain A. Sealing ability of mineral trioxide aggregate and Biodentine as root end filling material, using two different retro preparation techniques-An in vitro study. *Int J Contemp Dent Med Rev.* 2015; 2015(Feb 2015): 1-6.
- Kitasako Y, Ikeda M, Tagami J. Pulpal responses to bacterial contamination following dentin bridging beneath hard-setting calcium hydroxide and self-etching adhesive resin system. *Dent Traumatol.* 2008; 24(2): 201-6.
- Kogan P, He J, Glickman GN, Watanabe I. The effects of various additives on setting properties of MTA. *J Endod.* 2006; 32(6): 569-72.
- Koubi G, Colon P, Franquin J-C *et al.* Clinical evaluation of the performance and safety of a new dentine substitute, Biodentine, in the restoration of posterior teeth—a prospective study. *Clin Oral Investig.* 2013; 17(1): 243-9.
- Kulan P, Karabiyik O, Kose GT, Kargul B. Biocompatibility of accelerated mineral trioxide aggregate on stem cells derived from human dental pulp. *J Endod.* 2016; 42(2): 276-9.
- Kundzina R, Stangvaltaite L, Eriksen HM, Kerosuo E. Capping carious exposures in adults: a randomized controlled trial investigating mineral trioxide aggregate versus calcium hydroxide. *Int Endod J.* 2017; 50(10): 924-32.
- Laurent P, Camps J, About I. Biodentine™ induces TGF-β1 release from human pulp cells and early dental pulp mineralization. *Int Endod J.* 2012; 45(5): 439-48.
- Laurent P, Camps J, De Méo M, Déjou J, About I. Induction of specific cell responses to a Ca(3)SiO(5)-based posterior restorative material. *Dent Mater.* 2008; 24(11): 1486-94.
- Lee Y-L, Lee B-S, Lin F-H *et al.* Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. *Biomaterials.* 2004; 25(5): 787-93.
- Li Q, Hurt AP, Coleman NJ. The Application of (29)Si NMR Spectroscopy to the Analysis of Calcium Silicate-Based Cement using Biodentine™ as an Example. *J Funct Biomater.* 2019; 10(2).
- Lin LM, Ricucci D, Saoud TM, Sigurdsson A, Kahler B. Vital pulp therapy of mature permanent teeth with irreversible pulpitis from the perspective of pulp biology. *Aust Endod J.* 2020; 46(1): 154-66.
- Linu S, Lekshmi M, Varunkumar V, Joseph VS. Treatment outcome following direct pulp capping using bioceramic materials in mature permanent teeth with carious exposure: a pilot retrospective study. *J Endod.* 2017; 43(10): 1635-9.
- Liu W-C, Hu C-C, Tseng Y-Y *et al.* Study on strontium doped tricalcium silicate synthesized through sol-gel process. *Mater Sci Eng C.* 2020; 108: 110431.
- Luketić SF, Malčić A, Jukić S *et al.* Coronal microleakage of two root-end filling materials using a polymicrobial marker. *J Endod.* 2008; 34(2): 201-3.
- Luo Z, Li D, Kohli MR *et al.* Effect of Biodentine™ on the proliferation, migration and adhesion of human dental pulp stem cells. *J Dent.* 2014; 42(4): 490-7.
- Malkondu Ö, Kazandağ MK, Kazazoğlu E. A review on biodentine, a contemporary dentine replacement and repair material. *Biomed Res Int.* 2014; 2014.
- Marciano MA, Duarte MAH, Camilleri J. Calcium silicate-based sealers: assessment of physicochemical properties, porosity and hydration. *Dent Mater.* 2016; 32(2): e30-e40.

- Mejare I, Cvek M. Partial pulpotomy in young permanent teeth with deep carious lesions. *Dent Traumatol.* 1993; 9(6): 238-42.
- Nair P, Duncan H, Pitt Ford T, Luder H. Histological, ultrastructural and quantitative investigations on the response of healthy human pulps to experimental capping with mineral trioxide aggregate: a randomized controlled trial. *Int Endod J.* 2008; 41(2): 128-50.
- Natale L, Rodrigues M, Xavier T *et al.* Ion release and mechanical properties of calcium silicate and calcium hydroxide materials used for pulp capping. *Int Endod J.* 2015; 48(1): 89-94.
- Ndong F, Sadhasivam S, Lin FH *et al.* The development of iron-free partially stabilized cement for use as dental root-end filling material. *Int Endod J.* 2012; 45(6): 557-64.
- Negm A, Hassanien E, Abu-Seida A, Nagy M. Physical evaluation of a new pulp capping material developed from portland cement. *J Clin Exp Dent.* 2016; 8(3): e278.
- Nekoofar M, Adusei G, Sheykhrezae M *et al.* The effect of condensation pressure on selected physical properties of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2007; 40(6): 453-61.
- Nekoofar MH, Stone DF, Dummer PMH. The effect of blood contamination on the compressive strength and surface microstructure of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2010; 43(9): 782-91.
- Neville AM (1981) *Properties of concrete*, Essex, UK: Longman Scientific and Technical.
- Neville AM (1995) *Properties of concrete*: Longman London.
- Nowicka A, Lipski M, Parafiniuk M *et al.* Response of human dental pulp capped with biodentine and mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2013; 39(6): 743-7.
- Nowicka A, Wilk G, Lipski M, Kolecki J, Buczkowska-Radlińska J. Tomographic evaluation of reparative dentin formation after direct pulp capping with Ca (OH) 2, MTA, Biodentine, and dentin bonding system in human teeth. *J Endod.* 2015; 41(8): 1234-40.
- Oliveira IR, Andrade TL, Jacobovitz M, Pandolfelli VC. Bioactivity of calcium aluminate endodontic cement. *J Endod.* 2013; 39(6): 774-8.
- Oliveira M, Mansur HS. Synthetic tooth enamel: SEM characterization of a fluoride hydroxyapatite coating for dentistry applications. *Mater Res.* 2007; 10(2): 115-8.
- Oliveira MGd, Xavier CB, Demarco FF *et al.* Comparative chemical study of MTA and Portland cements. *Braz Dent J.* 2007; 18(1): 3-7.
- Opačić-Galić V, Petrović V, Zivković S *et al.* New nanostructural biomaterials based on active silicate systems and hydroxyapatite: characterization and genotoxicity in human peripheral blood lymphocytes. *Int Endod J.* 2013; 46(6): 506-16.
- Orosco FA, Bramante CM, Garcia RB, Bernardineli N, Moraes IGd. Sealing ability, marginal adaptation and their correlation using three root-end filling materials as apical plugs. *J Appl Oral Sci.* 2010; 18(2): 127-34.
- Orstavik D. Weight loss of endodontic sealers, cements and pastes in water. *Scand J Dent Res.* 1983; 91(4): 316-9.
- Ozbay G, Kitiki B, Peker S, Kargul B. Apical sealing ability of a novel material: analysis by fluid filtration technique. *Acta Stomatol Croat.* 2014; 48(2): 132-9.
- Ozkurt-Kayahan Z, Turgut B, Akin H, Kayahan M, Kazazoglu E. A 3D finite element analysis of stress distribution on different thicknesses of mineral trioxide aggregate applied on various sizes of pulp perforation. *Clin Oral Investig.* 2020; 24(10): 3477-83.
- Öznurhan F, Kayabası M, Keskus B. Evaluation of Long-Term Results of Two Different Calcium Silicate Based Materials in Primary Molar Teeth Vital Pulpotomies: An In vivo Study. *Cumhur Dent J.* 2020; 23(1): 45-51.
- Parirokh M, Asgary S, Eghbal MJ, Kakoei S, Samiee M. A comparative study of using a combination of calcium chloride and mineral trioxide aggregate as the pulp-capping agent on dogs' teeth. *J Endod.* 2011; 37(6): 786-8.

- Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod.* 2010; 36(1): 16-27.
- Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review—part III: clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. *J Endod.* 2010; 36(3): 400-13.
- Parolia A, Kundabala M, Rao N *et al.* A comparative histological analysis of human pulp following direct pulp capping with Propolis, mineral trioxide aggregate and Dycal. *Aust Dent J.* 2010; 55(1): 59-64.
- Pecharsky V, Zavalij P (2008) *Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials*: Springer Science & Business Media.
- Pereira JC, Segala AD, Costa C. Human pulpal response to direct pulp capping with an adhesive system. *Am J Dent.* 2000; 13(3): 139-47.
- Pierpont W, Gray S, Hermes C, Hilton T. The effect of various bases on the fracture resistance of amalgam. *Oper Dent.* 1994; 19: 211-.
- Poggio C, Lombardini M, Alessandro C, Simonetta R. Solubility of root-end–filling materials: a comparative study. *J Endod.* 2007; 33(9): 1094-7.
- Porter ML, Bertó A, Primus CM, Watanabe I. Physical and chemical properties of new-generation endodontic materials. *J Endod.* 2010; 36(3): 524-8.
- Raghavendra SS, Jadhav GR, Gathani KM, Kotadia P. Bioceramics in endodontics—a review. *J Istanbul Univ Fac Dent.* 2017; 51(3 Suppl 1): S128.
- Rajasekharan S, Martens L, Cauwels R, Verbeeck R. Biodentine™ material characteristics and clinical applications: a review of the literature. *Eur Arch Paediatr Dent.* 2014; 15(3): 147-58.
- Ramachandran VS (1996) *Concrete admixtures handbook: properties, science and technology*, 2nd edn; Park Ridge: William Andrew.
- Rietveld HM. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *J Appl Crystallogr.* 1969; 2(2): 65-71.
- Roberts HW, Toth JM, Berzins DW, Charlton DG. Mineral trioxide aggregate material use in endodontic treatment: a review of the literature. *Dent Mater.* 2008; 24(2): 149-64.
- Rodrigues EM, Gomes-Cornélio AL, Soares-Costa A *et al.* An assessment of the overexpression of BMP-2 in transfected human osteoblast cells stimulated by mineral trioxide aggregate and Biodentine. *Int Endod J.* 2017; 50 Suppl 2: e9-e18.
- Saghiri MA, Asatourian A, Garcia-Godoy F, Sheibani N. Effect of biomaterials on angiogenesis during vital pulp therapy. *Dent Mater J.* 2016: 2015-332.
- Saghiri MA, Garcia-Godoy F, Asatourian A *et al.* Effect of pH on compressive strength of some modification of mineral trioxide aggregate. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 2013; 18(4): e714.
- Saghiri MA, Orangi J, Asatourian A *et al.* Calcium silicate-based cements and functional impacts of various constituents. *Dent Mater J.* 2017; 36(1): 8-18.
- Salehimehr G, Baladi F, Allahbakhshi H. Physical and Chemical Properties of New Endodontic Restorative Material in Comparison with Pro Root MTA. *Biomed Pharmacol J.* 2017; 10(3): 1121-9.
- Sanz JL, Rodríguez-Lozano FJ, Llana C, Sauro S, Forner L. Bioactivity of bioceramic materials used in the dentin-pulp complex therapy: A systematic review. *Materials.* 2019; 12(7): 1015.
- Sarkar N, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2005; 31(2): 97-100.
- Sawicki L, Pameijer CH, Emerich K, Adamowicz-Klepalska B. Histological evaluation of mineral trioxide aggregate and calcium hydroxide in direct pulp capping of human immature permanent teeth. *Am J Dent.* 2008; 21(4): 262-6.
- Schmalz G, Widbiller M, Galler K. Material tissue interaction—From toxicity to tissue regeneration. *Oper Dent.* 2016; 41(2): 117-31.

- Schneider R, Holland GR, Chiego Jr D *et al.* White mineral trioxide aggregate induces migration and proliferation of stem cells from the apical papilla. *J Endod.* 2014; 40(7): 931-6.
- Schwendicke F, Brouwer F, Schwendicke A, Paris S. Different materials for direct pulp capping: systematic review and meta-analysis and trial sequential analysis. *Clin Oral Investig.* 2016; 20(6): 1121-32.
- Septodont. Biodentine Active Biosilicate Technology Scientific File. R&D Department. 2020.
- Shah PM, San Chong B, Sidhu SK, Ford TRP. Radiopacity of potential root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 1996; 81(4): 476-9.
- Shayegan A, Jurysta C, Atash R, Petein M, Abbeele AV. Biodentine used as a pulp-capping agent in primary pig teeth. *Pediatr Dent.* 2012; 34(7): 202E-8E.
- Sheykhrezae MS, Meraji N, Ghanbari F *et al.* Effect of blood contamination on the compressive strength of three calcium silicate-based cements. *Aust Endod J.* 2018; 44(3): 255-9.
- Shi W, Mozumder MS, Zhang H, Zhu J, Perinpanayagam H. MTA-enriched nanocomposite TiO₂-polymeric powder coatings support human mesenchymal cell attachment and growth. *Biomed Mater.* 2012; 7(5): 055006.
- Silva GA, Gava E, Lanza LD, Estrela C, Alves JB. Subclinical failures of direct pulp capping of human teeth by using a dentin bonding system. *J Endod.* 2013; 39(2): 182-9.
- Singh H, Kaur M, Markan S, Kapoor P. Biodentine: A promising dentin substitute. *J Interdiscipl Med Dent Sci.* 2014; 2(140): 2.
- Smaïl-Faugeron V, Glenny AM, Courson F *et al.* Pulp treatment for extensive decay in primary teeth. *Cochrane Database Syst Rev.* 2018; 31:(5).
- Smith JB, Loushine RJ, Weller RN *et al.* Metrologic evaluation of the surface of white MTA after the use of two endodontic irrigants. *J Endod.* 2007; 33(4): 463-7.
- Sousa-Neto MD, Guimarães LF, Saquy PC, Pécora JD. Effect of different grades of gum rosins and hydrogenated resins on the solubility, disintegration, and dimensional alterations of Grossman cement. *J Endod.* 1999; 25(7): 477-80.
- Spagnuolo G, Codispoti B, Marrelli M *et al.* Commitment of oral-derived stem cells in dental and maxillofacial applications. *J Dent.* 2018; 6(4): 72.
- Stanley HR. Pulp capping: conserving the dental pulp—can it be done? Is it worth it?. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1989; 68(5): 628-39.
- Storm B, Eichmiller FC, Tordik PA, Goodell GG. Setting expansion of gray and white mineral trioxide aggregate and Portland cement. *J Endod.* 2008; 34(1): 80-2.
- Stuart KG, Miller CH, Brown Jr CE, Newton CW. The comparative antimicrobial effect of calcium hydroxide. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1991; 72(1): 101-4.
- Suzuki M, Taira Y, Kato C, Shinkai K, Katoh Y. Histological evaluation of direct pulp capping of rat pulp with experimentally developed low-viscosity adhesives containing reparative dentin-promoting agents. *J Dent.* 2016; 44: 27-36.
- Swift EJ, Trope M, Ritter AV. Vital pulp therapy for the mature tooth—can it work?. *Endod Topics.* 2003; 5(1): 49-56.
- Şimşek E. Farklı İnkübasyon Sürelerinin Kalsiyum Silikat Esaslı Perforasyon Tamir Materyallerinin İtme Bağlanma Dayanımı Ve Mikrosertliklerine Olan Etkisinin Değerlendirilmesi. Necmettin Erbakan Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Endodonti Anabilim Dalı, Diş Hekimliğinde Uzmanlık Tezi, Konya, 2021 (Tez Danışmanı: Doç. Dr. Makbule Bilge Akbulut).
- Tay FR, Pashley DH, Rueggeberg FA, Loushine RJ, Weller RN. Calcium phosphate phase transformation produced by the interaction of the portland cement component of white mineral trioxide aggregate with a phosphate-containing fluid. *J Endod.* 2007; 33(11): 1347-51.
- Tholt B, Miranda-Júnior WG, Prioli R, Thompson J, Oda M. Surface roughness in ceramics with different finishing techniques using atomic force microscope and profilometer. *Oper Dent.* 2006; 31(4): 442-9.

- Torabinejad M, Hong C-U, Lee S-J, Monsef M, Ford TRP. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. *J Endod.* 1995; 21(12): 603-8.
- Torabinejad M, Hong C, McDonald F, Ford TP. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *J Endod.* 1995; 21(7): 349-53.
- Torabinejad M, Parirokh M, Dummer P. Mineral trioxide aggregate and other bioactive endodontic cements: an updated overview—part II: other clinical applications and complications. *Int Endod J.* 2018; 51(3): 284-317.
- Torabinejad M, Watson T, Ford TP. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *J Endod.* 1993; 19(12): 591-5.
- Torres FFE, Bosso-Martelo R, Espir CG *et al.* Evaluation of physicochemical properties of root-end filling materials using conventional and Micro-CT tests. *J Appl Oral Sci.* 2017; 25: 374-80.
- Tran X, Gorin C, Willig C *et al.* Effect of a calcium-silicate-based restorative cement on pulp repair. *J Dent Res.* 2012; 91(12): 1166-71.
- Tziafas D, Kalyva M, Papadimitriou S. Experimental dentin-based approaches to tissue regeneration in vital pulp therapy. *Connect Tissue Res.* 2002; 43(2-3): 391-5.
- Vallés M, Roig M, Duran-Sindreu F, Martínez S, Mercadé M. Color stability of teeth restored with Biodentine: a 6-month in vitro study. *J Endod.* 2015; 41(7): 1157-60.
- Van Der Varst P, Brekelmans W, De Vree J, De Groot R. Mechanical performance of a dental composite: probabilistic failure prediction. *J Dent Res.* 1993; 72(8): 1249-56.
- VanderWeele RA, Schwartz SA, Beeson TJ. Effect of blood contamination on retention characteristics of MTA when mixed with different liquids. *J Endod.* 2006; 32(5): 421-4.
- Villat C, Tran XV, Pradelle-Plasse N *et al.* Impedance methodology: A new way to characterize the setting reaction of dental cements. *Dent Mater.* 2010; 26(12): 1127-32.
- Vivan RR, Zapata RO, Zeferino MA *et al.* Evaluation of the physical and chemical properties of two commercial and three experimental root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2010; 110(2): 250-6.
- Voicu G, Didilescu AC, Stoian AB *et al.* Mineralogical and microstructural characteristics of two dental pulp capping materials. *Materials.* 2019; 12(11): 1772.
- Walenta G, Füllmann T. Advances in quantitative XRD analysis for clinker, cements, and cementitious additions. *Powder Diffr.* 2004; 19(1): 40-4.
- Wang X, Sun H, Chang J. Characterization of Ca₃SiO₅/CaCl₂ composite cement for dental application. *Dent Mater.* 2008; 24(1): 74-82.
- Wang Z, Ma J, Shen Y, Haapasalo M. Acidic pH weakens the microhardness and microstructure of three tricalcium silicate materials. *Int Endod J.* 2015; 48(4): 323-32.
- Ward J. Vital pulp therapy in cariously exposed permanent teeth and its limitations. *Aust Endod J.* 2002; 28(1): 29-37.
- Wilder Jr A, Swift Jr E, May Jr K *et al.* Effect of finishing technique on the microleakage and surface texture of resin-modified glass ionomer restorative materials. *J Dent.* 2000; 28(5): 367-73.
- Wilson AD. Specification test for the solubility and disintegration of dental cements: a critical evaluation of its meaning. *J Dent Res.* 1976; 55(5): 721-9.
- Witherspoon DE. Vital pulp therapy with new materials: new directions and treatment perspectives—permanent teeth. *Pediatr Dent.* 2008; 30(3): 220-4.
- Witherspoon DE, Small JC, Harris GZ. Mineral trioxide aggregate pulpotomies: a case series outcomes assessment. *J Am Dent Assoc.* 2006; 137(5): 610-8.
- Wongkornchaowalit N, Lertchirakarn V. Setting time and flowability of accelerated Portland cement mixed with polycarboxylate superplasticizer. *J Endod.* 2011; 37(3): 387-9.
- Yoo K-H, Kim Y-I, Yoon S-Y. Physicochemical and Biological Properties of Mg-Doped Calcium Silicate Endodontic Cement. *Materials.* 2021; 14(8): 1843.

Zapf AM, Chedella SC, Berzins DW. Effect of additives on mineral trioxide aggregate setting reaction product formation. *J Endod.* 2015; 41(1): 88-91.

Zhang H, Pappen FG, Haapasalo M. Dentin enhances the antibacterial effect of mineral trioxide aggregate and bioaggregate. *J Endod.* 2009; 35(2): 221-4.

Zhang Y, Luan J, Zhang Y *et al.* Preparation and characterization of iron-doped tricalcium silicate-based bone cement as a bone repair material. *Materials.* 2020; 13(17): 3670.



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı	Merve	Soyadı	Akbaş
Doğum yeri		Doğum tarihi	
Medeni durum		Tel	
E mail		Uyruğu	

Eğitim düzeyi

	Mezun Olduğu Kurumun Adı	Mezuniyet Yılı
Yüksek Lisans	Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi	2017

İş deneyimi

Görevi	Kurum/Görev	Süre
1. Diş Hekimi	Siverek Ağız ve Diş Sağlığı Merkezi	2018-2019