

Self-Cure Ünlversal Adezivin Dentine Olan Mikrogerilim Baęlanma Dayanımı: İn Vitro alıřma

Tuęba Serin Kalay(0000-0003-1197-4858)^a, Beyza Zaim(0000-0002-0962-7833)^a

SelcukDent J, 2022; 9: 53-60 (Doi: 10.15311/selcukdentj.907461)

Başvuru Tarihi: 31 Mart 2021
Yayına Kabul Tarihi: 22 Mayıs 2021

ÖZ

Self-Cure' Ünlversal Adezivin Dentine Olan Mikrogerilim Baęlanma Dayanımı: İn Vitro alıřma

Amaç: Farklı yüzey hazırlama prosedürleri ve yaşlandırma işlemleri sonrası, self-cure (kendi kendine polimerize olabilen) bir adezivin, iki farklı ünlversal adeziv ile dentine olan mikrogerilim baęlanma dayanımının (μ GBD) karşılaştırmalı olarak deęerlendirilmesidir.

Gereç ve Yöntemler: alıřmada, 18 adet ekilmiş insan üçüncü azı diři kullanıldı. Diřlerin okluzal mine yüzeyleri uzaklaştırdı ve orta-koronaldeki dentin yüzeyleri elde edildi. Örneklere kullanılan yüzey hazırlama prosedürlerine göre iki gruba (Etch&Rinse -ER ve Self-Etch -SE), ardından uygulanacak adeziv sisteme göre üç alt gruba ayrıldı: 1) Clearfil Ünlversal Bond Quick -CUQ, 2) G-Premio Bond -GBP, 3) Tokuyama Ünlversal Bond -TUB. Adeziv uygulanan dentin yüzeyine 4 mm yükseklikte kompozit rezin uygulandı ve polimerize edildi. Örneklere 24 saat 37 °C nemli ortamda bekletildikten sonra düşük hızlı kesme cihazı (Micracut 125, Metkon, Bursa, Türkiye) kullanılarak yaklaşık 1 mm²'lik kesitler elde edildi (n=15). 24 saat veya 6 ay suda yaşlandırma işlemleri sonrası örneklerin mikrogerilim baęlanma testi (Microtensile Tester, Bisco, IL, ABD) 0,5 mm/dk bir hızda gerçekleştirildi ve veriler megapascal (MPa) cinsinden kaydedildi. Veriler Kruskal-Wallis, Mann-Whitney U ve bağımsız örneklem t-test kullanılarak analiz edildi. Kopma tipleri stereomikroskop altında incelendi.

Bulgular: Tüm adezivlerde ER prosedürü istatistiksel olarak anlamlı şekilde yüksek μ GBD gösterdi (p<0,001). Self-Etch prosedürü uygulanan gruplarda yaşlandırma işlemleri sonrası adezivlerin μ GBD deęerleri arasında anlamlı fark görülmedi. (p>0,05). Etch&Rinse prosedürü uygulanan gruplarda yaşlandırma işlemleri sonrası, TUB hariç (p=0,282) dięer adezivlerde istatistiksel olarak anlamlı olarak azalma görüldü (p<0,001).

Sonuç: Self-Etch prosedürü ile kullanılan ünlversal adezivlerin yaşlandırma işlemleri sonrası μ GBD deęerleri anlamlı fark göstermedi. 'Self-cure' adeziv TUB dięer adezivlerden daha düşük μ GBD deęerleri gösterdi ancak her iki prosedürde de yaşlandırma işlemleri sonrası μ GBD deęerleri anlamlı fark göstermeyen tek adezivdi.

ANAHTAR KELİMELELER

Dentin Baęlanma Dayanımı, Mikrogerilim Baęlanma Dayanımı, Self-Cure Adeziv, Ünlversal Adeziv

ABSTRACT

Microtensile Bond Strength of 'Self-Cure' Universal Adhesive to Dentin: in vitro study

Background: The purpose of this study is to compare the microtensile dentin bond strength (μ TBS) of the 'self-cure' adhesive to dentin with two universal adhesives after different surface preparation procedures and aging.

Methods: In the study, 18 extracted human third molars were used. The occlusal enamel surfaces of the teeth were removed and the mid-coronal dentin surfaces were obtained. The samples were divided into two groups (Etch&Rinse -ER and Self-Etch -SE) according to the surface preparation procedures used, and then into three sub-groups according to the adhesive system to be applied: 1) Clearfil Universal Bond Quick -CUQ, 2) G-Premio Bond -GPB, 3) Tokuyama Universal Bond -TUB. 4 mm composite resin was applied to the adhesive applied dentin surface and polymerized. After the samples were kept at 37 °C for 24 hours, sections of approximately 1 mm² (n=15) were obtained by using a low speed cutting device (Micracut 125, Metkon, Bursa, Turkey). Microtensile bond strength were performed at a crosshead speed of 0,5 mm/min using a test device (Microtensile Tester, Bisco, IL, USA) after 24 hours or 6 months of water aging and data were recorded in megapascal (MPa). Data were analyzed using the Kruskal-Wallis test, Mann-Whitney U and independent samples t-test. Failure modes were analyzed under a stereomicroscope.

Results: The ER procedure showed a statistically significant difference in all adhesives (p<0,001). There was no significant difference in μ TBS values of adhesives after aging in the SE procedure groups (p>0,05). After aging in the ER procedure groups, a statistically significant decrease was observed in adhesives (p<0,001) except TUB (p=0,282).

Conclusion: After aging μ TBS values of the universal adhesives used with the SE procedure did not show a significant difference. Although 'self-cure' adhesive TUB showed lower μ TBS values than other adhesives, it was the only adhesive that did not show a significant difference in μ TBS values after aging in both ER and SE procedures.

KEYWORDS

Dentin Bond Strength, Microtensile Bond Strength, Self-Cure Adhesive, Universal Adhesive

Adeziv sistemlerin baęlanma mekanizmaları temelde asidik monomerler ile dental sert dokudan ayrılan minerallerin yerini polimerlerin alarak dental yapı ile mikromekanik bir kilitleme yapması ve fonksiyonel

monomerler ile kimyasal olarak baęlanması ile saęlanmaktadır.¹ Adeziv sistemler klinik olarak iki farklı teknikte uygulanır: etch&rinse (asitle ve yıka) ve self-etch (kendinden asitli) sistemler.

^a Karadeniz Teknik Üniversitesi Diř Hekimlięi Fakóltesi, Restoratif Diř Tedavisi Anabilim Dalı, Trabzon, Türkiye

Adezivlerin etch&rinse ve self-etch prosedürlerindeki baęlanma mekanizmaları dentinde oldukça farklıdır. Etch&rinse (ER) prosedüründe, inorganik bir asitin (çoęunlukla %30-40 fosforik asit) dental yapıya uygulanıp yıkandıęı ayrı bir pürüzlendirme adımı gerekmektedir.² Fosforik asitle pürüzlendirme ile dentin demineralizasyonu gerekleşir ve hidroksiapatit (HAp) iermeyen kollajen fibrilleri aığa ıkar.

Kollajen fibrillerin hidrolizini önlemek için, rezin monomerleri daha önce HAp kristallerinin işgal ettięi boşluklara infiltre olmalıdır. Resin tagların hibrit tabaka iine mikromekanik olarak tutunması baęlantı için çok önemlidir.^{3,4} Self-etch (SE) prosedüründe ise ayrı bir adıma gerek kalmadan pürüzlendirme işlemleri, diř yüzeyini kısmen demineralize eden ve HAp ile kimyasal baęlanma saęlayan adezivlerin ierisindeki asidik monomerler ile gerekleşmektedir.^{2,5} Mine HAp'den farklı olarak dentin HAp'nin daha küçük kristalleri ve plak benzeri yapısının, kimyasal reaksiyona daha uygun olduęu kabul edilir.^{6,7} Dentinin HAp ile kimyasal etkileşimini sadece SE prosedüründe meydana gelmektedir.⁸

Günümüzde klinisyenlerin daha hızlı, daha az teknik duyarlık gerektiren ve daha kullanıcı dostu adezyon prosedür taleplerini karřılamak için adeziv teknolojileri gelişmeye devam etmektedir.⁹ Yeni geliştirilen adezivler, kontaminasyon riskini azaltmak ve tedavi süresini kısaltmak amacıyla adezivlerin uygulama süresini kısaltmaya izin vermektedir.^{10,11}

Son yıllarda hem etch&rinse hem de self-etch ve selektif-etch olarak kullanılabilen, "multi-mod" veya farklı dental materyallere baęlanabilme özellikleri ile "üniversel" adezivler olarak adlandırılan adeziv sistemler oldukça popüler hale gelmiştir.^{12,13} Bu sistemler tek aşamalı self-etch adeziv sistemlere benzer şekilde fonksiyonel asidik monomerlerin yapıya eklenmesiyle geliştirilmiştir. Bütün üniversel adezivler mikromekanik baęlanmayı saęlayan farklı self-etch özellikte fonksiyonel monomerler iermektedir.⁸ "Adezyon-Dekalsifikasyon" konsepti olarak bilinen yaklaşıma göre, dental adezivlerin baęlanma mekanizması, adezivlerin iindeki özel fonksiyonel monomerler ile HAp arasındaki iyonik etkileşimle meydana gelmektedir.¹⁴ Üniversel adeziv sistemlerde, penetrasyonun artırılması ve ayrıca kimyasal etkileşim potansiyeli kazandırılması için 10-metakriloloksidesil dihidrojenfosfat (MDP), 4-metakriloloksietil trimellitit anhidrat (4-META), 4-metakriloloksietil trimellitit asit (4-MET), metakriloloksidesilpridinium bromid (MDPB) ve 2-fenil hidrojenfosfat (Phenyl-P) gibi fonksiyonel monomerler kullanılmaktadır.¹⁵ Kimyasal baęlanma potansiyelinin çeşitli fonksiyonel monomerler arasında farklılık gösterdięi ve 10-MDP'nin 4-MET ve fenil-p'den daha yüksek baęlanma potansiyeline sahip olduęu; MDP'nin hidroksiapatit (HAp) ile kolayca yoğun bir iyonik baę kurduęu ve düşük bir çözünme hızına sahip olduęu bildirilmiştir.¹⁶

4-metakriloloksietil trimellitit asit (4-MET) adezyonu teşvik etmek için ve demineralize edici bir monomer olarak sıklıkla kullanılmaktadır. Elde edilen Ca-4MET tuzu nispeten yüksek bir çözünürlüğe sahiptir ve bu nedenle kararlı değildir.¹⁷ Fenil-P self-etch primerlerde kullanılan ilk asidik monomerlerden biridir. Bu monomerin demineralize dentinde rezinin difüzyonunu arttırdıęı bildirilmiştir. HAp ile kimyasal baęlanma kapasitesi azdır.^{16,17}

MDPB, özellikle restorasyonların altındaki tekrarlayan ürükleri önlemek amacıyla adezivlere dâhil edilen, antibakteriyel etkinlik saęlayan bir monomerdir.¹⁷

Son yıllarda geliştirilen 3D-SR (three dimensional self-reinforcing) monomerinin kendi kendine organize olabileceęi ve ierdięi fosfat grubunun birçok bölgede kalsiyum ile etkileşime girerek iyonik baęlar oluşturabileceęi bildirilmiştir.¹⁸ Üretici bu teknolojiye ek olarak ışık cihazına gerek kalmadan adezivlerin kendi kendine polimerize (self-cure) olmasını saęlayan borat katalizörünün (BoSE teknolojisi) adezive eklenmesiyle daha kısa sürede daha güvenilir bir baęlanma saęlandıęını bildirmiştir.¹⁹

Bu alıřmanın amacı, birbirinden farklı yüzey hazırlama prosedürleri ve yaşlandırma işlemleri sonrası, 'self-cure' üniversel adezivlerin dentine olan mikrogerilim baęlanma dayanımının iki farklı üniversel adeziv ile karřılařtırmalı olarak deęerlendirilmesidir.

2. Gere ve Yöntemler

2.1. Dentin Örneklerinin Hazırlanması

Bu alıřma, Karadeniz Teknik Üniversitesi Bilimsel Arařtırmalar Etik Kurul Başkanlıęı'ndan 2020/28 protokol numaralı etik kurul onayı alınarak yapıldı. alıřmada 18 adet ekilmiş ürüksüz gömlü insan üçüncü azı diři kullanıldı. alıřmaya dahil edilen diřler bir periodontal el aleti yardımıyla doku artıklarından uzaklařtırıldı ve %0,1 timol solüsyonda saklandı. Her diř otopolimerizan akrilięe sabitlendi ve oklüzal kısımları su soęutması altında düşük hızlı bir kesme cihazı (Micracut 125, Metkon, Bursa, Türkiye) kullanılarak uzaklařtırıldı. Elde edilen orta koronaldeki dentin yüzeyleri standart bir smear tabakası oluşturmak için 600 grenli silikon karbid (SiC) kağıt ile 60 saniye (sn) boyunca zımparalandı.

2.2. Adeziv Prosedürü

Örnekler kullanılan yüzey hazırlama prosedürlerine göre Etch&Rinse (ER) ve Self-Etch (SE) olarak iki gruba ayrıldı. Daha sonra örnekler uygulanacak adezive göre rastgele üç alt gruba ayrıldı: 1) Clearfil Universal Bond Quick (CUQ), 2) G-Premio Bond (GPB), 3) Tokuyama Universal Bond (TUB). Kullanılan materyallerin ierikleri ve detayları **Tablo 1**'de gösterilmiştir.

Tablo 1.**Çalışmada kullanılan materyaller**

Materyaller ve Lot no.	İçerik	pH	Üretici Firma
GPB: G-Premio Bond (1903252)	MDP, 4-MET, MEPS, BHT, aseton, dimetakrilat rezin, fotoinitiatör, alüminyum oksit, su, fosforik asit ester monomer	1.5	GC Corp, Tokyo, Japan
TUB: Tokuyama Universal Bond (024E18)	Likit A: fosfat monomer (3D-SR monomer), bisGMA, TEGDMA, HEMA, MTU-6 Likit B: aseton, isopropanol, su, borat katalizörü, c-MPTES, peroksit	2.2	Tokuyama Dental, Tokyo, Japan
CUQ: Clearfil Universal Bond Quick (5H0033)	bis-GMA, 10-MDP, HEMA, hidrofilik amit monomer, etanol, su, NaF, akseleratör, silan bağlayıcı ajan, kolloid silika	2.3	Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan
K-ETCHANT Syringe (4Q0061)	Fosforik asit, polietilen glikol, kolloid silika, su, pigment		Kuraray Noritake Dental, Okayama, Japan
Filtek Z250 (NA33135)	% 84.5 Zirkonya/silika doldurucu, % 16.5 Resin (BisGMA, UDMA, BisEMA)		3M ESPE St. Paul, USA

Etch&Rinse tekniğinde % 35 fosforik asit (K-ETCHANT, Kuraray Noritake Dental, Okayama, Japonya) dentin yüzeyine 15 sn boyunca uygulandı, 30 sn boyunca yıkandı ve hava spreyi ile hafifçe kurutuldu. Hazırlanan dentin yüzeylerine adezivler üretici talimatına göre uygulandı (Tablo 2)

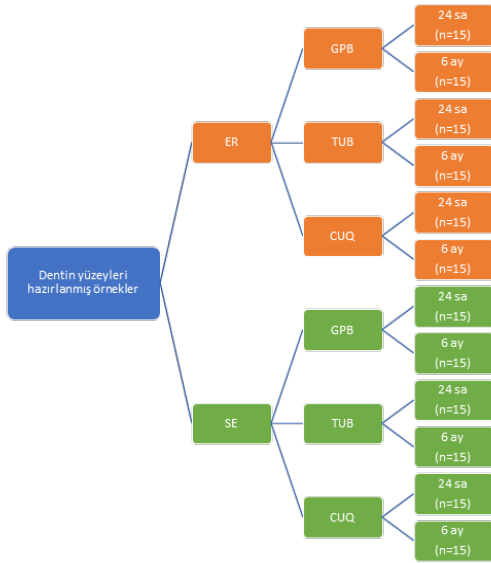
Daha sonra dentin yüzeyine 2mm kalınlıkta iki tabaka mikrohibrit kompozit rezin (Filtek Z250, 3M ESPE, St Paul, ABD) uygulandı. Her tabaka 20 sn boyunca bir LED ışık cihazı (Elipar S10, 3M ESPE, St Paul, ABD) ile polimerize edildi.

Tablo 2.**Yüzey Hazırlama ve Adeziv Uygulama prosedürleri**

Yöntem	Yüzey hazırlama prosedürü
ER	Dentin yüzeylerine fosforik asit 15 sn uygulandı, 30 sn boyunca su ile yıkandı ve kurutuldu.
SE	Fosforik asit uygulanmadı.
Adezivler	Adeziv uygulama prosedürü
GPB	Adeziv dentin yüzeyine uygulanıp 10 sn bekledi. Ardından 5sn boyunca kuvvetli hava uygulandı. 10 sn boyunca ışık cihazı ile polimerize edildi.
TUB	Adeziv dentin yüzeyine uygulandı, ardından adeziv hareket etmeyip aynı konumda kalana kadar zayıf hava uygulandı. Işık cihazı kullanılmadı.
CUQ	Adeziv dentin yüzeyine uygulandı, ardından 5 sn boyunca orta derecede hava uygulandı. 10 sn boyunca ışık cihazı ile polimerize edildi.

2.3. Mikrogerilim Baęlanma Dayanımı Testleri

37 °C'de %100 nemli ortamda 24 saat (sa) saklanmış kompozit rezin uygulanmış örneklerden düşük hızlı kesme cihazı (Micracut 125, Metkon, Bursa, Türkiye) kullanılarak yaklaşık 1 mm²'lik kesitler elde edildi. Her bir gruptaki dişlerden rastgele beř kesit seçilerek µGBD testi için toplamda 15 kesit elde edildi. Kesitlerin geri kalanı 37 °C'de 6 ay distile suda bekletilerek yařlandırıldı. (řekil 1)



řekil 1.

alıřma protokolündeki akıř diyagramı. ER: Etch-and-Rinse, SE: Self-etch, GPB: G-Premio Bond, TUB: Tokuyama Ünsersal Bond, CUQ: Clearfil Universal Bond Quick,

Distile su iki haftada bir deęiřtirildi.²⁰ Kesitler, siyanoakrilat bir yapıřtırıcı yardımı ile aparata sabitlendi ve bir test cihazı (Microtensile Tester, Bisco, IL, ABD) kullanılarak 0,5 mm/dk bir hızda testler gerekleřtirildi. µGBD deęerleri MPa cinsinden kaydedildi ve veriler analiz edildi.

Mikrogerilim baęlanma dayanımı testi sonucunda oluřan kırılma tipini belirlemek için, kırılma yüzeyleri stereomikroskop (Leica MZ16, Leica Microsystems, Heerbrugg, İsvire) ile x 40 büyütme altında incelendi. Kopma tipleri adeziv, kompozit rezinde koheziv, dentinde koheziv ve karıřık olarak sınıflandırıldı.

2.4. İstatistiksel Analiz

alıřmada elde edilen veriler SPSS for Windows 17.0 (SPSS Inc, Chicago, IL, ABD ile analiz edildi. Gruplar arasındaki farklılıęı belirlemede Kruskal-Wallis testi, farklılıęın hangi grup veya gruplardan kaynaklandığını belirlemede Mann-Whitney U testi, ikili karıřılařtırmalarda baęımsız örneklem t-testi (independent samples t-test) kullanıldı. p < 0,05 anlamlı kabul edildi.

3. Bulgular

µGBD deęerleri, standart sapmaları ve anlamlılık deęerleri Tablo 3'te gösterilmiştir.

Tablo 3.

Mikrogerilim baęlanma dayanımının MPa cinsinde ortalama ± standart sapma deęerleri.

	Self-etch (SE)		p	Etch & rinse (ER)		p
	24 saat	6 ay		24 saat	6 ay	
GPB	21,12 ± 3,20	21,57 ± 2,89	0,67	35,55 ± 6,20	28,36 ± 4,56	<0,001
TUB	15,40 ± 3,75	15,79 ± 3,21	0,762	26,56 ± 5,30	24,27 ± 5,23	0,282
CUQ	20,20 ± 3,98	20,31 ± 2,53	0,931	37,61 ± 7,52	27,03 ± 3,00	<0,001
p(GPB-TUB)	<0,001	<0,001		<0,001	0,03	
p(GPB-CUQ)	0,492	0,211		0,42	0,354	
p(TUB-CUQ)	0,002	<0,001		<0,001	0,089	

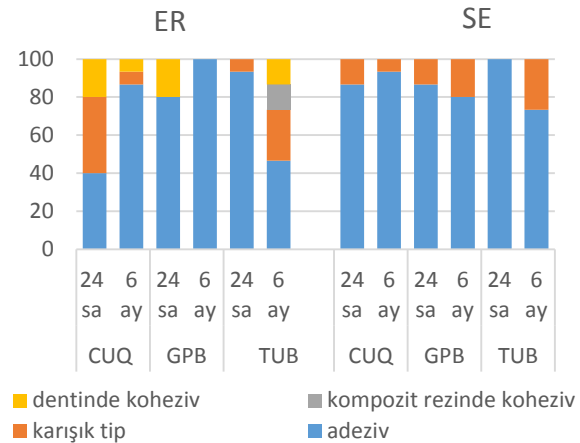
p<0,05 istatistiksel olarak anlamlı kabul edildi.

GPB: G-premio Bond, TUB: Tokuyama Ünsersal Bond, CUQ: Clearfil Universal Bond Quick

Tüm adezivlerde ER prosedürü istatistiksel olarak anlamlı řekilde yüksek µGBD gösterdi (p < 0,001). SE prosedürü uygulanan gruplarda yařlandırma iřlemi sonrası adezivlerin µGBD deęerleri arasında anlamlı fark görülmedi. (p > 0,05). ER prosedürü uygulanan gruplarda yařlandırma iřlemi sonrası, TUB hari (p = 0,282) dięer adezivlerde istatistiksel olarak anlamlı olarak düşük µGBD deęerleri gösterdi; sadece ER prosedüründeki yařlandırma iřlemi sonrası gruplar karıřılařtırıldıęında CUQ ile arasında anlamlı fark görülmedi (p = 0,089). Yařlandırma iřlemi ve yüzey hazırlama prosedürlerine göre adezivlerin ikili karıřılařtırmaları deęerlendirildięinde CUQ-GPB arasında anlamlı fark görülmedi (p > 0,05).

Kopma tipleri řekil 2' de gösterilmektedir.

řekil 2. Kopma tipleri (%)



Adeziv kopma, yüzey hazırlama prosedürü veya yařlandırma iřlemine bakılmaksızın tüm örneklerde en yaygın gözlenen

kopma tipidir. Kompozit içinde koheziv kopma sadece ER prosedüründe yaşlandırma işlemi sonrası TUB için gözlemlendi. Dentin içinde koheziv kopma sadece ER prosedüründe yaşlandırma işlemi sonrası TUB için gözlemlendi. Dentin içinde koheziv kopma tüm adeziv gruplarında sadece ER prosedüründe gerçekleşti.

4. Tartışma

Bu çalışmada farklı uygulama prosedürleri ve suda bekleterek yaşlandırma işlemi sonrası, 'self-cure' üniversal adezivin dentine olan μ GBD karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir.

Çalışmada bağlanma dayanımı değerlerinin elde edilmesinde mikrogerilim bağlanma test yöntemi kullanıldı. Çok küçük yüzeylerde (~1mm²) gerilme bağlanma dayanımının ölçülmesine izin veren μ GBD testi aynı diş-kompozit rezin örneğinden birçok kesit elde edilebilir. Ayrıca bu yöntem periferik ve merkezi dentin gibi bölgesel farklılıkların daha iyi kontrolünü sağlamaktadır.^{15,20} Mikrogerilim dayanım testiyle, geleneksel makaslama ve gerilme testlerine kıyasla, daha küçük bir yüzeyde daha iyi bir gerilim dağılımı sağlanması ve yapay yaşlandırma tekniklerine daha elverişli olması avantaj sağlamaktadır.^{17,21}

Bu çalışmada ER prosedüründe SE'ye göre daha yüksek μ GBD değerleri elde edilmiştir. Dönmez ve ark.²² ER ve SE prosedürlerinde uygulanan üniversal adezivlerin, termal siklus sonrası dentine olan mikrogerilim bağlanma dayanımını inceledikleri çalışmalarında, en yüksek bağlanma değerlerinin ER prosedüründe ve termal siklus uygulanmayan gruplarda gözlemlendiğini rapor etmiştir. Leite ve ark.'nın²³ insan dişlerinde üniversal adezivlerin farklı uygulama protokolleri sonrası dentine olan μ GBD değerlerini karşılaştırdığı çalışmada ER protokolünün SE protokolüne göre daha yüksek μ GBD değerleri gösterdiği bildirilmiştir. Bu sonuçlardan farklı olarak Chen ve ark.⁹ ER ve SE prosedürlerinde uygulanan üniversal adezivlerin dentine olan mikrogerilim bağlanma dayanımı değerlendirdikleri ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ile yüzey analizi yaptıkları çalışmalarında, her iki prosedür sonrası bağlanma dayanımını arasında anlamlı fark görülmediğinin bildirmişlerdir. Ancak hibrit tabaka kalınlığının ER prosedüründe daha fazla olduğunu belirtmişlerdir. Fosforik asit, dentinde self-etch adezivlere göre daha derin (3–6 μ m' ye kadar) bir dekalsifikasyona neden olabilir.¹² ER prosedürüyle adezivin, dentin substratına daha derin nüfuz ederek daha uzun rezin taglar ve kalın bir hibrit tabaka oluşturduğu daha önce de bildirilmiştir.²⁴

Saito ve ark.²⁵ siğir kesici dişlerinde üniversal adezivlerin farklı pürüzlendirme metodlarını karşılaştırdığı çalışmada, ER prosedürünün dentine olan makaslama bağlanma dayanımı üzerinde önemli bir etkiye sahip olmadığını ortaya koymuştur. Bu farklı sonuçlar kullanılan substratların, adeziv içeriklerinin (pH, fonksiyonel monomer vb.) ve uygulanan bağlanma

dayanımı testlerinin (makaslama, itme, makro/mikro-gerilim) farklı olmasıyla açıklanabilir.^{21,26} Klinik olarak adezivlerin, dentine olan bağlanma değerlerinin yaşlanma sonrasında kabul edilebilir olması istenir. Bu çalışmada, kesitler 6 ay boyunca doğrudan distile suda bekletilerek yaşlandırılmıştır. Suda bekletilerek yaşlandırma, ağız ortamındaki rezin-dentin bağlanma dayanımının uzun dönemdeki başarısını değerlendirmek kullanılan bir yöntemdir.^{20,27,28} Ancak bağlanma dayanımının su emiliminin yanısıra oklüzal çiğneme kuvvetlerinden, ağız boşluğundaki sıcaklık değişimlerinden ve bakteri ürünlerindeki kimyasal ajanlardan etkilediği bildirilmiştir.²⁹

Yaşlandırma işlemi sonrası SE prosedüründeki adeziv gruplarının bağlanma dayanım değerlerinde anlamlı fark görülmemiştir. ER prosedüründe ise GPB ve CUQ'nun bağlanma değerlerinin düştüğü görülmüştür. Hanabusa ve ark.¹² üniversal adezivlerde ER prosedüründe ortaya çıkan adeziv arayüzün SE prosedüründekine kıyasla bozulmaya karşı daha savunmasız olduğunu bildirmişlerdir. Yapılan çalışmalar, ER prosedürüyle oluşturulan hibrit tabakasındaki yıkımın, genellikle sıvılarla temasından 6. ay ile 3-5 yıl arasında başladığını bildirmiştir. Bu durum, kollajen fibrillerin çapraz bağlarında kayıp ve su alımında büyük bir artışla kendini göstermektedir.^{4,30}

Demineralize dentin, matriks metalloproteinaz (MMP) enzimlerini içerir ve MMP enzimleri asidik ortamda aktif hale gelirler. MMP enzimleri, kollajen ve bağ dokusu yapısında bulunan, normal biyolojik gelişim ve yıkım sürecinde yer alırlar.^{31,32} ER prosedüründe, rezin monomerinin demineralize dentine yeterince infiltre olamadığında, hibrit tabaka altında korunmasız ve savunmasız kollajen fibriller meydana gelir. Demineralize dentinde bulunan MMP enzimleri yapısal olarak kararsız olan bu kollajen fibrillerini hidrolize uğratarak uzun vadeli bağlanma dayanımında azalmaya neden olur.³² Bu bulgular, suda yaşlandırma işlemi sonrası ER prosedüründeki μ GBD değerlerindeki düşüşünün nedenini açıklayabilir.

Bu çalışmada hem ER hem de SE prosedürü sonrasında GPB ve CUQ daha yüksek μ GBD değerleri göstermiştir. Farklı adezivlerdeki farklı bağlanma dayanımı sonuçlarının, adezivlerin bileşenleri ile ilgili olabileceği bildirilmiştir.²⁶ GPB, fosforik asit ester monomer, dimetakrilat monomeri ve 4-MET gibi birden fazla fonksiyonel monomer içerir (Tablo 1).³³

Bu formülasyona ek olarak adezivin HEMA içermemesinin bağlantının uzun vadeli stabilitesine katkı sağladığı düşünülmektedir.¹² CUQ ise çok işlevli bir hidrofilik monomer ve HEMA içerir. Hidrofilik monomer olan HEMA, rezinin demineralize dentine penetrasyonunu teşvik etmede önemli bir rol oynamaktadır. Bununla birlikte, HEMA'nın mekanik özellikleri, polimerizasyondan sonra nispeten düşüktür ve su emilimi, mekanik özelliklerde daha fazla azalmaya yol açmaktadır.³⁴

Bu nedenle, gl bir rezin-dentin arayz oluřturmak iin, hidrofobik rezin monomerlerinin infiltrasyonu gerekli olacaktır.³⁵ alıřmada kullanılan adezivlerden GPB ve CUQ, TUB'dan farklı olarak MDP monomeri iermektedir. Saito ve ark.²⁵, nlversal adezivlerin fonksiyonel monomerlerinin rolnn sadece HAp ile deęil, aynı zamanda aıkta kalan kollajen fibrillerle de kimyasal bir etkileřim elde etmek iin nemli olduęunu bildirmiřtir. Hiraiishi ve ark.³⁶, hidrofobik kollajen yzeyi ve hidrofobik MDP kısımları arasındaki hidrofobik etkileřimler nedeniyle MDP'nin kollajen ile nispeten kararlı bir etkileřime sahip olduęunu ne srmřlerdir. MDP monomerleri, mine ve dentinin hidroksiapatitindeki kalsiyum ile iyonik bir baę saęlamaktadır.¹⁷ MDP bazlı adezivler, MDP-Ca tuzu baęlantıları ile nano-tabakayı oluřturduęundan daha direnli bir arayze sahiptir.³⁷

Su self-etch ajanların vazgeilmez bir bileřenidir; asidik fonksiyonel monomerleri iyonize eder, demineralizasyonu saęlar ve rezin monomer infiltrasyonunu indkler.^{1,5} Ancak uzaklařtırılamayan artık su, rezin monomerlerinin polimerizasyonunu engeller; bu nedenle, polimerize olmuř iyi bir adeziv tabaka iin suyun buharlařması nemlidir.^{29,38} Bu alıřmada kullanılan adezivlerin hepsi beklemeye gerek kalmadan, anında uygulanan adezivler olarak piyasaya srlmřtir. Bu yzden kısa srede gerekleřmesi beklenen solvent buharlařması ve rezin infiltrasyonu nemli bir hale gelmiřtir. Adezivler genellikle aseton, etanol-su veya zc kombineasyonları ile formle edilir. GPB zc olarak aseton ierirken, CUQ etanol-su bazlıdır ve TUB izopropil alkol bazlıdır (**Tablo 1**). Itoh ve ark. 25   C'de buhar basıncının izopropil alkol iin 44 mm Hg, aseton iin 200 mm Hg ve etanol iin 54,1 mm Hg olduęunu bildirmiřtir.³⁹ Bu nedenle, izopropil alkoln hava ile kurutma sonrası buharlařması, aseton ve etanolden daha zor olacaktır. Monomer ve solvent tipinin etkisi TUB ile karřılařtırıldıęında CUQ ve GPB iin daha yksek μ GBD deęerlerini aıklayabilir.

Bu alıřmada ER prosedryle uygulanan TUB'un, yařlandırma iřlemi sonrası baęlantı dayanımını deęiřmemiř ve CUQ ile arasında anlamlı fark grlmemiřtir. TUB, GBP ve CUQ'dan farklı olarak MDP yerine fonksiyonel monomer olarak 3D-SR monomeri ve demineralize substratlardan gelen kalsiyum iyonları ile birlikte monomerlerin  boyutlu apraz baęlanmasında rol oynayan fosfat grupları iermektedir.¹⁴ TUB'da bulunan 3D-SR monomerinin ierdięi fosfat grubunun bir ok blgede kalsiyum ile etkileřime girerek iyonik baęlar oluřturabileceęi ne srlmřtir.¹⁸ Bu alıřmanın sonuları 3D-SR'in TUB'un uzun dnem baęlantı dayanımında etkili olduęunu dřndrmektedir. Yoshida ve ark.¹⁴ 3D-SR'in dentine zerinde hidrolize direnli bir Ca-tuzu oluřturduęu ve bunun uzun dnem baęlantı dayanımına katkıda bulunabildięini bildirmiřtir. Daneshmehr ve ark.⁴⁰ 3D-SR fosforik asit monomeri ieren adezivin termal yařlanmadan sonra baęlanma deęerlerinin nemli lde deęiřmedięini ve monomerin Ca ile kimyasal reaksiyona girerek ince hibrit katmana ve hafif

asiditeye raęmen kararlı bir performans sergiledięini bildirmiřtir. TUB ayrıca borat bařlatıcı ieren BoSE teknolojisini ile iřik cihazına gerek kalmadan kendi kendine polimerize (self-cure) olur.

Borat bazlı adeziv solusyonların, dnřm derecesinin yksek olduęu ve borat ile bařlatılan polimerizasyonun kendi bařına ok etkili olduęu bildirilmiřtir.⁴¹ Ayrıca BoSE teknolojisi sayesinde, kompozit rezin ile teması ettięi anda adeziv arayzden polimerizasyonun desteklenmesi (Contact Cure) ile daha stabil bir baęlanma dayanımı elde edilmiř olabilir. Bu durum ayrıca kompozit rezinde koheziv kopma tipinin sadece TUB'da gerekleřmesini de aıklayabilir. Bu alıřmada dentin iinde koheziv kopma tm adeziv gruplarında sadece ER prosedrnde gerekleřmiřtir. Bu sonu ER prosedrndeki baęlanma deęerlerinin SE'den daha yksek olmasıyla aıklanabilir.

Bu in vitro alıřmanın limitasyonu yařlandırma prosedrnde ięneme stresleri, sıcaklık deęiřimleri gibi aęız ortamındaki kimyasal ve mekanik deęiřikliklerin simle edilememiř olmasıdır. Rezin-dentin baęlanma dayanımının uzun dnem bařarısının deęerlendirildięi gelecek in vitro ve klinik alıřmalara ihtiya vardır.

5. Sonu

Bu alıřmanın sınırları dahilinde řu sonulara varılabilir:

- nlversal adezivlerde yzey hazırlama prosedr ve yařlandırma iřlemi mikrogerilim baęlantı dayanımını etkiledi.
- Kullanılan adezivler ER prosedrnde kullanıldıęında, SE prosedrne gre daha yksek μ GBD deęerleri gsterdi.
- nlversal adezivler SE prosedr ile kullanıldıęında, yařlandırma iřlemi sonrası μ GBD deęerleri deęiřmedi.
- 'Self-cure' adeziv TUB dięer adezivlerden daha dřk μ GBD deęerleri gsterdi ancak hem ER hem SE prosedrnde yařlandırma iřlemi sonrası μ GBD deęerlerinde anlamlı fark gstermeyen tek adezivdi.

KAYNAKLAR

- Miyazaki M, Tsujimoto A, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Platt JA. Important compositional characteristics in the clinical use of adhesive systems. *J Oral Sci.* 2014;56:1-9.
- Reis A, Carrilho M, Breschi L, Loguercio AD. Overview of clinical alternatives to minimize the degradation of the resin-dentin bonds. *Oper Dent.* 2013;38:1-25.
- Miyazaki M, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S. Factors affecting the in vitro performance of dentin-bonding systems. *Jpn Dent Sci Rev.* 2012;48:53-60.
- Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater.* 2011;27:1-16.
- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011;27:17-28.
- Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Irie M, Ogawa T, et al. Nanolayering of phosphoric acid ester monomer on enamel and dentin. *Acta Biomater.* 2011;7:3187-95.
- Yaguchi T. Layering mechanism of MDP-Ca salt produced in demineralization of enamel and dentin apatite. *Dent Mater.* 2017;33:23-32.
- Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How "Universal" is Adhesion? Shear bond strength of multi-mode adhesives to enamel and dentin. *J Adhes Dent.* 2019;21:87-95.
- Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K. et al. Bonding of universal adhesives to dentine-Old wine in new bottles? *J Dent.* 2015;43:525-36.
- Saikaew P, Chowdhury AFMA, Fukuyama M, Kakuda S, Carvalho RM, Sano H. The effect of dentine surface preparation and reduced application time of adhesive on bonding strength. *J Dent.* 2016;47:63-70.
- Sai K, Takamizawa T, Imai A, Tsujimoto A, Ishii R, Barkmeier WW, et al. Influence of application time and etching mode of universal adhesives on enamel adhesion. *J Adhes Dent.* 2018;20:65-77.
- Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, et al. Bonding effectiveness of a new "multi-mode" adhesive to enamel and dentine. *J Dent.* 2012;40:475-84.
- Muñoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez I, Szesz AL, Reis A, Loguercio AD, et al. Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. *J Dent.* 2014;42:595-602.
- Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hanabusa M, Matsumoto T, Momoi Y. X-ray diffraction analysis of three-dimensional self-reinforcing monomer and its chemical interaction with tooth and hydroxyapatite. *Dent Mater J.* 2012;31:697-702.
- Tunaç AT, Can E. Universal Adhesive Systems. *Turkiye Klin J Dent Sci.* 2020;26:496-503.
- Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, et al. Comparative Study on Adhesive Performance of Functional Monomers. *J Dent Res.* 2004;83:454-8.
- Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007;28:3757-85.
- Nikaido T, Ichikawa C, Li N, Takagaki T, Sadr A, Yoshida Y, et al. Effect of functional monomers in all-in-one adhesive systems on formation of enamel/dentin acid-base resistant zone. *Dent Mater J.* 2011;30:576-82.
- Tokuyama Dental Corporation Technical Report Ver. 1.2.; 2017.
- Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dent Mater.* 2017;33:133-43.
- Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010;26:100-21.
- Donmez N, Siso SH, Usumez A, Bayrak I. Effect of thermal cycling on micro-tensile bond strength of composite restorations bonded with multimode adhesive. *J Adhes Sci Technol.* 2015;29:731-9.
- Leite ML de A e. S, Costa CA de S, Duarte RM, de Andrade AKM, Soares DG. Bond strength and cytotoxicity of a universal adhesive according to the hybridization strategies to dentin. *Braz Dent J.* 2018;29:68-75.
- Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent.* 2014;42:800-7.
- Saito T, Takamizawa T, Ishii R, Tsujimoto A, Hirokane E, Barkmeier WW, et al. Influence of Application Time on Dentin Bond Performance in Different Etching Modes of Universal Adhesives. *Oper Dent.* 2020;45:183-95.
- Da Rosa WLDO, Piva E, Da Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent.* 2015;43:765-76.
- Saikaew P, Matsumoto M, Chowdhury AFMA, Carvalho RM, Sano H. Does shortened application time affect long-term bond strength of universal adhesives to dentin? *Oper Dent.* 2018;43:549-58.
- Muñoz MA, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha NH, et al. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Oper Dent.* 2015;40:282-92.
- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008;24:90-101.

30. Armstrong SR, Vargas MA, Chung I, Pashley DH, Campbell JA, Laffoon JE, et al. Resin-dentin interfacial ultrastructure and microtensile dentin bond strength after five-year water storage. *Oper Dent.* 2004;29:705-712.
31. Hannas AR, Pereira JC, Granjeiro JM, Tjäderhane L. The role of matrix metalloproteinases in the oral environment. *Acta Odontol Scand.* 2007;65:1-13.
32. Zhang S chuan, Kern M. The role of host-derived dentinal matrix metalloproteinases in reducing dentin bonding of resin adhesives. *Int J Oral Sci.* 2009;1:163-76.
33. Imai A, Takamizawa T, Sai K, Tsujimoto A, Nojiri K, Endo H, et al. Influence of application method on surface free-energy and bond strength of universal adhesive systems to enamel. *Eur J Oral Sci.* 2017;125:385-95.
34. Takahashi M, Nakajima M, Hosaka K, Ikeda M, Foxton RM, Tagami J. Long-term evaluation of water sorption and ultimate tensile strength of HEMA-containing/-free one-step self-etch adhesives. *J Dent.* 2011;39:506-12.
35. Kuno Y, Hosaka K, Nakajima M, Ikeda M, Klein CA, Foxton RM, et al. Incorporation of a hydrophilic amide monomer into a one-step self-etch adhesive to increase dentin bond strength: Effect of application time. *Dent Mater J.* 2019;38:892-9.
36. Hiraishi N, Tochio N, Kigawa T, Otsuki M, Tagami J. Monomer-collagen interactions studied by saturation transfer difference NMR. *J Dent Res.* 2013;92:284-8.
37. Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, et al. Self-assembled nano-layering at the adhesive interface. *J Dent Res.* 2012;91:376-81.
38. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida, Y, et al. Monomer-Solvent Phase Separation in One-step Self-etch Adhesives. *J Dent Res.* 2005;84:183-8.
39. Itoh S, Nakajima M, Hosaka K, Okuma M, Takahashi M, Shinoda Y, et al. Dentin bond durability and water sorption/solubility of one-step self-etch adhesives. *Dent Mater J.* 2010;29:623-30.
40. Daneshmehr L, Ozer F, Mante FK, Blatz MB. Relationship between air-blowing duration and bond strengths of three adhesive systems to dentin after thermal aging. *Dent Mater J.* 2013;32:767-774.
41. Oguri M, Yoshida Y, Yoshihara K, Miyauchi T, Nakamura Y, Shimoda S, et al. Effects of functional monomers and photo-initiators on the degree of conversion of a dental adhesive. *Acta Biomater.* 2012;8:1928-34.

Yazışma Adresi:

Dr. Tuğba SERİN KALAY

Karadeniz Teknik Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi,

Restoratif Diş Tedavisi AD.

61080, Trabzon, TURKEY.

Tel. +90 462 3774830

Fax. +90 462 3253017

tugbaserinkalay@hotmail.com