

SELF-ETCH ADEZİVİN TEK KAT VEYA ÇOK KAT UYGULAMASININ MAKASLAMA DİRENCİ ÜZERİNE ETKİSİ

Effects of one versus two or three applications of a Self-etching Adhesive on Shear Bond Strength

Dr. Dt. Adil NALÇACI*

Dr. Dt. Meriç SALBAŞ*

ABSTRACT

This study investigated the effectiveness of new development self-etching adhesive on the shear bond strength of one layer, two layer and three layer applications to dentine. 45 extracted human molar teeth were subjected by wet grinding with 360-grit silicon carbide paper and then exposed dentine surfaces were prepared with three different application methods by Adper Prompt L-Pop (APP). One layer application (Control): APP were applied for 15 seconds on the specimens and gently air dried for 3 seconds and polymerized with halogen light for 10 seconds (n=15). Two layer application: The specimens were prepared as a duplicate of the one layer application (n=15). Three layer application: The specimens were prepared as triple of the one layer application (n=15). Composite (Z250) cylinders (4 mm diameter, 2 mm high) were polymerized with 40 seconds on the self-etching treated all dentin surfaces. The specimens were stored at 37°C for 24 h prior to testing. Cemented specimens were subjected to shear loading (0.5 mm/min) until fracture using a universal testing machine (Llyod). Statistical analysis was done with one-way analysis of variance (ANOVA) and Duncan test. Two layer application had significantly higher bond strengths (10.6 ± 2.1 MPa) on dentine (P<0.05). There was no statistical significant difference between one layer (7.8 ± 1.1 MPa) and three layer (7.9 ± 0.8 MPa) application. The results of this in vitro study showed that two layer application of APP were improved bond strength to dentine

Key words: Self-etching adhesive, shear bond strength, dentin

ÖZET

Bu in-vitro çalışmanın amacı, yeni geliştirilen bir self-etch adezivinin dentin yüzeylerine bir kat, iki kat ve üç kat uygulamasının makaslama direnci üzerine etkilerini incelemektir. 45 adet daimi molar dişlerin mine dokuları 360-grit zımpara ile kaldırıldıktan sonra, ortaya çıkan dentin yüzeylerine Adper Prompt L-Pop (APP) üç farklı tabaka olarak uygulandı. Tek kat uygulaması (Kontrol): Örnekler APP 15 saniye süre ile sürüldü 3 saniye hava sıkıldı ve 10 saniye halojen ışık ile polimerize edildi (n=15). İki kat uygulaması: Örnekler iki defa üst üste tek kat uygulaması yapıldı (n=15). Üç kat uygulaması: Örnekler üç defa üst üste tek kat uygulaması yapıldı (n=15). Tüm self-etch adeziv uygulanmış örnekler 2 mm uzunluğunda ve 4 mm genişliğindeki silindirik teflon kalıp içerisine kompozit rezin (Z250) yerleştirildi ve 40 saniye polimerize edildi. Örnekler 24 saat 37 °C' de distile su içerisinde bekletildi. Örneklerin makaslama direncini tespit etmek için her örnek instron universal test makinesine (Lloyd) yerleştirildi ve dakikadaki hızı 0.5 mm/dak olacak şekilde, örnekler kırıluncaya kadar yük uygulandı. İstatistiksel analiz tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ve Duncan testi ile yapıldı. İki kat APP uygulaması ile en yüksek makaslama direnci sonuçları (10.6 ± 2.1 MPa) elde edildi (P<0.05). Tek kat (7.8 ± 1.1 MPa) ile üç kat (7.9 ± 0.8 MPa) uygulama arasında istatistiksel bir fark ortaya çıkmadı (P>0.05). Bu in vitro çalışma sonuçlarına göre yeni geliştirilen APP' un iki kat uygulaması ile dentinde iyi bir bağlanma sağlanmıştır.

Anahtar Sözcükler: Self-etch adeziv, makaslama direnci testi, dentin

* Dr. Dt. Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı.

GİRİŞ

Adeziv dişhekimliğinde, başarılı bir restorasyon için, rezin kompozitlerin diş dokularına iyi bir şekilde adaptasyonu beklenir. Asitle pürüzlendirme işleminden sonra, mineye bağlanma mekanizmaları ile yüksek bağlanma değerlerine ulaşılmasına rağmen dentin için bu değerler hala düşüktür (1-3). Mine ile olan adezyon, dentin ile kıyaslandığında, dentinin yüksek organik içeriği, tübüler yapısı, dentin sıvısının akışı ve smear tabakasının varlığı bağlanmayı etkilemektedir (4-6). Dentin dokusunda iyi bir bağlanma için gerekli olan asit ile pürüzlendirilme ve primer ile bonding uygulama işlemlerinin kısaltılması amacıyla üretici firmalar tarafından son zamanlarda self-etch sistemler piyasaya sürülmüştür (7-9). Self-etch adezivler, klinik olarak tüm basamakları bir araya getiren (asit, primer ve bonding hepsi bir arada) yıkama ve kurulama işlemlerinin de yapılmadığı "all-in-one" (10) veya "no-bottle" (11) olarak ta adlandırılan sistemlerdir.

Self-etch sistemlerin amacı bütün uygulamaları tek bir basamakta toplayarak uygulamaları basitleştirmektir. Asit ile pürüzlendirme, primer ve bonding uygulama basamakları tek bir seferde yapılmaktadır. Böylece, yüzeysel dentin demineralizasyonu oluşmakta (7) ve smear tabakasını kısmen çözerek asidik monomerler (primer) yardımı ile dentin hibridizasyonu tek bir basamakta oluşmaktadır (8).

Asit ile pürüzlendirilmiş dentinde yeterli bir örtücülük sağlamak için üreticiler dentin adezivler için en az iki kat uygulama önermektedirler. Bunun nedeni olarak, kalın adeziv tabaka ile polimerizasyon büzülme stresleri kısmen azalması ve kompozit rezin ile restore edilmiş kavitelelerdeki mikrosızıntının da azalması hedeflenmektedir (9). Son zamanlarda bazı çalışmalarda (10, 11) self-etch adezivlerde iki kat uygulama ile bağlanmanın artacağı rapor edilmiştir. Ancak, Irie ve ark (12) self-etch ajanların tek kat veya iki kat uygulaması ile bağlanma üzerine bir etkilerinin olmadığını bildirmişleridir.

Bu in-vitro çalışmanın amacı, yeni geliştirilen bir self-etch adezivin dentin yüzeylerine bir kat, iki kat ve üç kat uygulamasının makasla- ma direnci üzerine etkilerini incelemektir.

GEREÇ VE YÖNTEM

Dişlerin hazırlanması

Bu çalışmada yeni çekilmiş 45 adet çürüksüz daimi molar diş kullanıldı. Dişler üzerindeki yumuşak dokular uzaklaştırıldı. Dişlere pomza-su karışımı ile cila yapıldı ve distile su içerisinde bekletildi. Dişler soğuk akrilik (Meliodent, Heraeus Kulzer, Hanau, Germany) içerisine gömüldükten sonra dairesel zımpara (360-grit) yardımı ile (Gripo 2V; Metkon, Bursa, Turkey) su altında, dişlerin okluzal yüzeylerinden mine dokusu kaldırıldı. Dişlerin dentin yüzeylerinde artık mine dokusu kalmadığından emin olmak için bir stereomikroskop ile (Leica MZ 12; Leica AG, Heerbrugg, Switzerland) x25 büyütmede incelendi. Dentin yüzeyi açığa çıkmış dişler 600 grit zımpara ile su altında, standart bir smear tabakası oluşturmak için 60 saniye süreyle zımparalandı (11).

Self-etch uygulaması

Dişlerin okluzal yüzeylerine self-etch adeziv (Adper Prompt L-Pop, 3M ESPE, Dental Products, St Paul, MN, USA) üretici firma önerileri doğrultusunda, kırmızı ve sarı paketler aktive edildi ve her diş için yeni bir paket kullanıldı. Örnekler aşağıdaki gruplara uygun olarak hazırlandı:

Tek kat uygulaması (Kontrol): Örnekler self-etch adeziv Adper Prompt L-Pop (APP) üretici önerileri doğrultusunda tüm dentin yüzeyine hafif bir basınç ile 15 saniye süresince uygulandı. 3 saniye hava sıkıldı. 10 saniye halojen bir ışık ile polimerize edildi (Optilux; Demetron, Kerr, Danbury, USA). 2 mm uzunluğunda ve 4 mm genişliğindeki silindir teflon kalıp içerisine kompozit rezin (Z250, 3M ESPE, Dental Products, St Paul, MN, USA) yerleştirildi ve 40 saniye polimerize edildi (n=15).

İki kat uygulaması: Örnekler self-etch adeziv APP tüm dentin yüzeyine hafif bir basınç ile 15 saniye süresince uygulandı. 3 saniye hava sıkıldı. 10 saniye halojen bir ışık ile polimerize edildi. 2 kat uygulama için tekrar 15 saniye self-etch adeziv uygulandı, 3 saniye hava sıkıldı ve tekrar 10 saniye polimerize edildi. Kompozit rezin 1. gruptaki uygulandı ve polimerize edildi (n=15).

Üç kat uygulaması: Bu gruptaki örnekler iki kat uygulama yapıldıktan sonra, 3 kat uygulama için tekrar 15 saniye self-etch adeziv APP uygulandı, 3 saniye hava sıkıldı ve tekrar 10 saniye polimerize edildi. Kompozit rezin 1. gruptaki uygulandı ve polimerize edildi (n=15).

Makaslama direnci testi

Polimerizasyonları tamamlanmış örnekler 24 saat 37°C'de bekletildi ve örnekler termal siklus uygulanmadı (10-12). Örneklerin makaslama dirençlerini tespit etmek için her örnek universal test makinesine (Lloyd; Fareham, Hants, England) yerleştirildi ve dakikadaki hızı 0.5 mm/dak olacak şekilde, örnekler kırılıncaya kadar yük uygulandı (12). Kırılma anındaki Newton (N) değerindeki skorlar aşağıdaki formüle uygun olarak Megapascal'a (MPa) çevrildi (10-13):

$MPa = N \text{ (Kırılma anında uygulanan yük değeri)} / mm^2 \text{ (bağlanan alan)}$.

Örneklerin kırılma tiplerinin incelenmesi

Örneklerin kırılma yüzeyleri stereomikroskop altında (Leica MZ 12; Leica AG, Heerbrugg, Switzerland) x15 büyütmede kırılma tipini belirlemek için incelendi. Kırılma tipinin değerlendirilmesinde koheziv dentin kırığı (sadece dentindeki kırık), adeziv kırık (hem dentin hemde kompozit rezini içerisine alan kırık), koheziv rezin kırığı (sadece kompozit rezini içerisine alan kırık) ve miks kırık (kısmen adeziv ve kısmen koheziv) sınıflaması kullanıldı (13).

İstatistiksel analiz

İstatistiksel değerlendirme tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ve Duncan test ile yapıldı (p=0.05).

BULGULAR

Tek yönlü varyans analizi (ANOVA) sonucu adeziv farklı uygulamaları arasında istatistiksel fark bulunmuştur (Tablo 1). Dentine adeziv tek kat, iki kat ve üç kat uygulamaları ile oluşan makaslama direnci sonuçları Duncan testine göre Tablo 2'de gösterilmektedir. Self-etch adeziv APP' un dentine tek kat uygulaması (7.8 ± 1.1) ve üç kat uygulaması (7.9 ± 0.8) ile istatistiksel olarak en düşük değerler elde edil-

miştir. Aynı adeziv iki kat uygulaması (10.6 ± 2.1) ile en yüksek değer bulunmuştur. Tek kat ve üç kat uygulama arasında istatistiksel bir fark bulunmamıştır (P>0.05). Tek kat ile üç kat uygulamaları iki kat ile karşılaştırıldığında istatistiksel fark bulunmuştur (P<0.05).

Kırılma tiplerinin değerlendirilmesi sonucu, tek kat adeziv uygulamasında kırık yüzeylerinin tamamı adeziv kırık olarak tespit edilmiştir. İki kat uygulama sonucu 2 örnekte koheziv kompozit, 1 örnekte koheziv dentin, 3 örnekte miks ve 4 örnekte adeziv kırık tipi görülmüştür. Üç kat uygulama ile sadece 1 örnekte koheziv kompozit ve 9 örnekte adeziv kırık tipi tespit edilmiştir.

TARTIŞMA

Self-etch adezivlerin performansı genellikle in vitro testler ile yapılmaktadır. Makaslama direnci testi, diş hekimliğinde kullanılan adezivler için kullanılan pratik ve güvenilir bir test yöntemi olarak bildirilmiştir (14). In vitro bağlanma testleri, yeni adezivlerin performansını göstermekte ve klinik ortamlar ile olası ilişkisini ortaya çıkarmaktadır (7). Pek çok çalışmada, adezivlerin dentine makaslama dirençlerinin etkilerinin incelendiği ve bu konunun genellikle tercih edildiği görülmektedir (1, 4-8,13).

Önceki çalışmalarda, APP' un ilk versiyonu kullanılmıştır (10,11) ve düşük bağlanma skorları bildirilmiştir (1,5,6,8). Düşük bağlanma değerlerinin nedeni ise asidik monomerlerin tamamen infiltre olamaması nedeniyle kısmen smear tabakasının erimesi sonucu (7), tek kat uygulanan ilk versiyon Prompt L-Pop'un oldukça ince bir adeziv tabaka olarak kaldığı bildirilmiştir (1,5,6,8,10,11). APP' de ise üreticiler nonasidik metakrilatların miktarını artırarak akışkanlığı azaltmışlardır ve böylece yüzeyde yeterli primer miktarı kalması sağlanmış ve yeterli kalınlıkta bir adeziv tabaka oluşturulmuştur (12, 15).

Bu çalışmada yeni geliştirilen self-etch adeziv APP' un dentine iki kat uygulaması ile en yüksek makaslama direnci değerleri elde edilmiştir. Elde edilen bu bulgu Pashley ve ark (10) ile Frankenberger ve ark (11) nin ilk versiyon Prompt L-Pop'un sonuçları ile uyum-

Tablo 1. Tek Yönlü ANOVA Sonuçları.

	Karelerin Toplamı	DF	Kare Ortalaması	F Oranı	P Değeri
Gruplar Arasında	75.295	2	37.647	16.622	.000
Gruplar İçerisinde	95.128	42	2.265		
Toplam	170.423	44			

Df: Rerbestlik derecesi (degrees of freedom)

Tablo 2: Makaslama direnci sonuçlarının karşılaştırılması.

Adeziv Uygulaması	N	Ortalama±SD	Minimum	Maksimum
tek kat	15	7.8 ± 1.1 ^a	5.92	9.43
iki kat	15	10.6 ± 2.1 ^b	7.85	14.99
üç kat	15	7.9 ± 0.8 ^b	6.13	9.13
Toplam	45	8.7 ± 1.9	5.92	14.99

SD: Standard Deviasyon

Farklı harfler gruplar arasında istatistiksel fark (P<0.05 olduğunu göstermektedir).

ludur. Ancak, son zamanlarda, Irie ve ark (12) ise APP' un farklı kompozitler ile dentine iki kat uygulaması ile APP'in makaslama direnci değerlerindeki değişikliğin uygulanan kompozite göre farklılık gösterdiğini bildirmişlerdir.

Irie ve ark (12), APP' un iki kat uygulamasının önemini, polimerizasyon süresince bağlanan yüzeyler arasındaki streslerin yoğunlaşacağını ve stres dağılımının azalacağını ve ışık ile polimerize edilmeden hemen önce uygulanan hava ile 3 saniye kurutma işlemi ile APP' un içerisindeki solventin buharlaşarak yeterli bir kalınlık oluşturacağını rapor etmişlerdir.

Pashley ve ark (10) ise tek kat uygulama ile yetersiz bir kalınlık olduğu fikrine ilave olarak oksijen-inhibisyon tabasının etkilerinin olacağını öne sürmüşlerdir. Oksijen-inhibisyon tabakası polimerizasyonu engeller ve hibrit tabakası üzerinde reaksiyona girmemiş monomerler kalır (16). Oksijen-inhibisyon

tabakasının kalınlığı rezinin akışkanlığına bağlıdır ve oksijen diffüzyonunu etkiler (17). Normalde tek kat uygulaması sonrası atmosferden sürekli olarak alınan oksijen ile oluşmuş olan oksijen-inhibisyon tabakasının üzerine ikinci kat uygulaması ile, polimerize olmamış rezinlerin üzeri örtülür. Böylece, serbest radikaller geriye kalan oksijeni püskürtür ve adezivin içerisindeki reaksiyon başlatıcılar ile yeni serbest radikaller üretir. Serbest radikaller hızlı ve çok miktarda üretildiğinde polimerizasyon artar. Sonuç olarak inhibisyon tabakası ya yer değiştirir yada üzerine konulan adeziv veya kompozit tarafından absorbe edilir (10).

Bu çalışma bulgularından bir diğeri de üç kat uygulama ile tek kat uygulama arasında bir fark olmayışı ve iki kat uygulama ile fark bulunmasıdır. APP' in üç kat uygulaması ile literatürde herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Ancak, sadece Pashley ve ark (10) 'nın ilk versiyon Prompt L-Pop ile yaptıkları çalışmada üç kat uygulama ile iki kat uygulama arasında bir

fark bulamadıklarını rapor etmişlerdir. Bizim çalışma sonuçlarımız ile oluşan farklılığın nedeni olarak yeni geliştirilen APP' in ilk versiyona göre daha kalın bir adeziv tabaka oluşturması sonucu, üç kat uygulama ile çok kalın bir tabakanın oluştuğunu ve bununla bağlanmayı olumsuz yönde (18) etkilediğini düşünmekteyiz.

Kırık tiplerinin değerlendirilmesi sonucu tek kat ve üç kat uygulamanın genellikle adezyon kırık tipi göstermesi, makaslama direnci sonuçlarımızı destekler niteliktedir. Kırık tiplerinin sınıflaması tamamen klinik şartlara uyum sağlansa da, farklı self-etch adezivler ve farklı kompozitler ile yapılacak yeni çalışmalara gerek duyulmaktadır.

Bu in vitro çalışma sonuçlarına göre yeni geliştirilen APP' un iki kat uygulaması ile dentinde iyi bir bağlanma sağlanmıştır. Tek kat veya üç kat uygulama ile zayıf bağlanma değerleri elde edilmiştir.

KAYNAKLAR

1. Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Cox CF, Hickel R, Tagami J. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater* 2002;18:269-75.
2. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent* 2002;30:371-82.
3. Ferrari M, Cagidiaco MC, Davidson CL. Resistance of cementum in Class II and V cavities to penetration by an adhesive system. *Dent Mater* 1997;13:157-62.
4. Kiremitçi A, Yalçın F, Gökcalp S. Bonding to enamel to dentin using self-etching adhesive systems. *Quintessence Int* 2004; 35: 367-70.
5. Wang Y, Spencer P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding. *J Dent Res* 2003;82:141-5.
6. Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res* 1999;78:906-11.
7. Sensi LG, Lopes GC, Monteiro S Jr, Baratieri LN, Vieira LC. Dentin bond strength of self-etching primers/adhesives. *Oper Dent* 2005;30:63-8.

8. Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res* 1994;73:1212-20.

9. Rees JS, O'Dougherty D, Pullin R. The stress reducing capacity of unfilled resin in a Class V cavity. *J Oral Rehabil* 1999;26:422-7.

10. Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. *J Dent* 2002;30:83-90.

11. Frankenberger R, Perdigao J, Rosa BT, Lopes M. "No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives--a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater* 2001;17:373-80.

12. Irie M, Suzuki K, Watts DC. Immediate performance of self-etching versus system adhesives with multiple light-activated restoratives. *Dent Mater* 2004;20:873-80.

13. Courson F, Bouter D, Ruse ND, Degrange M. Bond strengths of nine current dentine adhesive systems to primary and permanent teeth. *J Oral Rehabil* 2005;32:296-303.

14. Barkmeier WW, Cooley RL. Laboratory evaluation of adhesive systems. *Oper Dent* 1992;5:50-61.

15. De Munck J, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Oper Dent* 2005;30:39-49.

16. Finger WJ, Lee KS, Podszun W. Monomers with low oxygen inhibition as enamel/dentin adhesives. *Dent Mater* 1996;12:256-61.

17. Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res* 1990;69:1652-8

18. Zheng L, Pereira PN, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent* 2001;26:97-104.

Yazışma Adresi:

Dr. Dt. Adil NALÇACI
Ankara Üniversitesi
Diş Hekimliği Fakültesi
Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı
06500 Beşevler - ANKARA
e-posta: analcaci@dentistry.ankara.edu.tr