

Özgün araştırma makalesi

Yeni bir kompozit restoratif materyalin mikrosertlik ve Bis-GMA salımı yönünden değerlendirilmesi

Zeliha Gonca Bek Kürklü ^{1,*}, Ceren Kalkan Deveci ²

¹Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı, ²Pedodonti Anabilim Dalı, Diş Hekimliği Fakültesi, Çukurova Üniversitesi, Adana, Türkiye

ÖZET

AMAÇ: Bu çalışmanın amacı posterior restorasyon için üretilen yeni mikrohibrit bir kompozitin mikrosertlik, dönüşüm derecesi ve Bis-GMA salımını sıkça kullanılan mikrohibrit bir kompozit materyal ile karşılaştırmaktır.

GEREÇ VE YÖNTEM: Bu çalışmada mikrohibrit doldurucu içereklili yeni üretilmiş (NOVA Compo-HS, Imicryl, Konya, Türkiye) ve piyasada bulunan mikrohibrit doldurucu içeren başka bir kompozit rezin materyali (Filtek Z-250, 3M ESPE, St. Paul, MN, ABD) kullanıldı. Her bir materyalden silindirik şekilde (2x2x2 mm boyutlarında) 20'şer örnek hazırlandı. Her materyal için hazırlanan 20 örnekten 10 adetinde salınan Bis-GMA miktarı yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC) (Shimadzu, Model SPD 20A, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonya) ile analiz edildi. Her materyal için geri kalan diğer 10 örneğin Vickers yüzey mikrosertlik dereceleri ölçüldü ve polimerizasyon derinliği Vickers sertlik oranı hesaplanarak değerlendirildi. İstatistiksel analizler bağımsız gruplar t-testi ile yapıldı.

BULGULAR: NOVA Compo-HS ve Filtek Z250 arasında üst ve alt yüzeylerde kaydedilen sertlik değerlerinde istatistiksel bir fark olduğu görüldü ($p<0.001$). NOVA Compo-HS ve Filtek Z250 kompozitlerine ait Bis-GMA salım miktarı ortalama 1.28 mg/L ve 0.78 mg/L idi. Gruplar arasında istatistiksel olarak fark vardı ($p<0.001$).

SONUÇ: Mikro dolduruculu yeni kompozit rezin materyal olan NOVA Compo-HS, mekanik özellikleri (yüzey mikrosertlik dereceleri ve alt/üst yüzeyin Vickers mikrosertlik oranı) bakımından diğer mikro dolduruculu kompozit kadar yeterli bulunmadı. NOVA Compo-HS kompozitten salınan Bis-GMA monomer miktarı, Filtek Z250'ye göre daha fazlaydı.

ANAHTAR KELİMELE: Bis-GMA; HPLC; kompozit dental rezin; sağlamlık testleri

KAYNAK GÖSTERMEK İÇİN: Bek Kürklü ZG, Kalkan Deveci C. Yeni bir kompozit restoratif materyalin mikrosertlik ve Bis-GMA salımı yönünden değerlendirilmesi. Acta Odontol Turc 2020;37(1):18-23

EDİTÖR: Müğem Aslı Ekici, Gazi Üniversitesi, Ankara, Türkiye

YAYIN HAKKI: © 2020 Bek Kürklü ve Kalkan Deveci. Bu eserin yayın hakkı [Creative Commons Attribution License](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/) ile ruhsatlandırılmıştır. Sınırsız kullanım, dağıtım ve her türlü ortamda çoğaltım, yazarlar ve kaynağın belirtilmesi kaydıyla serbesttir.

FINANSAL DESTEK: Bulunmamaktadır.

ÇIKAR ÇATIŞMASI: Bulunmamaktadır.

[The abstract in English is at the end of the manuscript]

GİRİŞ

Metakrilat bazlı rezinler ve rezin kompozitler diş hekimliğinde fissür örtücü, adeziv, rezin siman ve dolgu malzemesi gibi pek çok amaç için yaygın olarak kullanılırlar. Bu materyallerde sertleşme, metakrilat monomerlerinin polimerlere dönüşmesiyle meydana gelir.

Monomerlerin polimere dönüşümü her zaman tamamlanamaz. Yapılan deneyler, %25-50 oranında metakrilat monomer çift bağının sağlam kaldığını göstermiştir.^{1,2} Sıvılar bu artık monomerleri restorasyondan pulpa veya ağız boşluğuna doğru süzebilir. Kompozit rezinin eksik polimerizasyonu ve monomerlerin süzülmesi, restorasyonun mekanik özelliklerini azaltmakla kalmaz, aynı zamanda malzemenin biyolojik uyumluluğunu da olumsuz yönde etkileyebilir.³⁻¹¹

Dental rezinlerin hazırlanmasında en yaygın olarak kullanılan monomerler, bisfenol A glikol dimetakrilat (Bis-GMA), trietilen glikol dimetakrilat (TEGDMA), üretilen dimetakrilattır (UDMA). Genellikle bu monomerlerin karışımları kullanılır. Monomerlerin seçimi, kompozit rezinlerin reaktivitesini, viskozitesini ve polimerizasyon bütünlüğünü, mekanik özelliklerini, su emilimini güçlü bir şekilde etkiler.¹² Bis-GMA kompozit rezine viskozite veren bir monomerdir. Her üç monomer de sitotoksik etkilerle mutajenik etkileri olabileceği ortaya konulmuştur.¹³

Bir kompozit restorasyonun tabanında reaksiyona girmemiş monomerler veya zayıf polimerize olmuş

Makale gönderiliş tarihi: 31 Temmuz 2019; Yayına kabul tarihi: 14 Aralık 2019
*İletişim: Dr. Zeliha Gonca Bek Kürklü, Çukurova Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi, Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı, Sarıçam, Adana, Türkiye;
E-posta: goncabek@myynet.com

Tablo 1. Çalışmada kullanılan restoratif materyaller

Restoratif materyal	Üretici firma	Matriks	Doldurucu	Doldurucu %v	Tipi
NOVA Compo-HS	Imicryl, Konya, Türkiye	Bis-GMA, Dimetakrilat ULS	Baryum Camları, Ytterbium triflorid, Prepolimer	%59-60	Mikrohibrit
Filtek Z-250	3M ESPE, St. Paul, MN, ABD	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TAGDMA	Zirkon ve Silika parçaları	%60	Mikrohibrit

rezinin varlığı, rezinin mekanik özelliklerini zayıflatır. Kompozit rezinlerin mekanik özellikleri de rezin matrisinin dönüşüm derecesine bağlıdır. Artan sertlik ve artan dönüşüm derecesi arasında pozitif bir ilişki olduğu gösterilmiştir.¹⁴

Yüzey sertliği, restoratif materyalleri karşılaştırmak için kullanılan en önemli özelliklerden biridir ve deformasyon veya kırılmalara direnç olarak tanımlanır.¹⁵⁻¹⁷ Restorasyonun yüzey mikrosertliği, özellikle çiğneme kuvveti taşıyan alanlarla karşı karşıya kaldıklarında, daima dikkate alınması gereken bir özelliktir.

Polimerizasyon derinliğini tanımlamak için alt/üst sertlik oranını hesaplamak ve bu orana bir değer vermek yaygındır. Alt yüzeyi yeterince polimerize olarak kabul etmek için, genellikle 0.80 ve 0.85 değerleri kullanılmıştır.¹⁸

Bu çalışmanın amacı posterior restorasyon için üretilen yeni mikrohibrit bir kompozitin sertlik, dönüşüm derecesi ve Bis-GMA salımını şu an piyasada sıkça kullanılan mikrohibrit bir kompozit materyallerle karşılaştırmaktır. Bu çalışmanın sıfır hipotezleri sırasıyla iki mikrohibrit kompozitin mekanik özelliklerinin (Vickers yüzey mikrosertlik dereceleri ve alt yüzeyin/üst yüzeyin Vickers mikrosertlik oranı) ve Bis-GMA salımı yönünden benzer olmasıdır.

GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışmada mikrohibrit doldurucu içeriğine sahip yeni üretilmiş bir kompozit rezin materyali (NOVA Compo-HS, Imicryl, Konya, Türkiye) ve bu ürünü karşılaştırmak için piyasada bulunan mikrohibrit doldurucu içeren başka bir kompozit rezin materyali (Filtek Z-250, 3M ESPE, St. Paul, MN, ABD) kullanıldı (n=20) (Tablo 1). Kompozit rezin materyaller, iki cam plaka arasına 2x2x2 mm boyutlarında standart bir teflon kalıp içine yerleştirilerek hazırlandı ve bir LED ışık kaynağı (Elipar Freelight, 3M ESPE) ile 20 sn polimerize edildi.

Bis-GMA salımı deneyi

Polimerizasyondan hemen sonra Filtek Z250 (n=10) ve NOVA Compo-HS (n=10) örnekleri hacimce %70 etanol içeren 5 ml cam tüpler içinde 24 saat bekletildi. Örneklerden salınan Bis-GMA miktarı yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC) (Shimadzu, Model SPD 20A, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonya) ile analiz edildi. Tespit, 205 nm dalga boyunda gerçekleştirildi. Sabit faz, 25 °C'de termostatlı 5 mm partikül büyüklüğüne sahip bir C18 LiChrospher 100 analitik kolonu (250x4 mm). Mobil faz, 1.5 mL dakika akış hızında %50 asetonitril izokratik bir çözeltisidir. Enjeksiyon hacmi 20 µl'dir. Artık monomerlerin analizi için, Bis-GMA'nın referans standartları (CAS No. 261548, Sigma-Aldrich

Tablo 2. Normallik testi istatistik sonuçları

Özellik	Kompozit rezin	Çarpıklık	Basıklık	Shapiro-Wilk-W Testi		
				İstatistik	Sd	Önemlilik
Bis-GMA	NOVA Compo-HS	-0.772	2.846	0.907	10	0.261
	Filtek Z-250	1.349	2.684	0.898	10	0.207
Üst yüzey sertlik	NOVA Compo-HS	-0.644	0.665	0.961	10	0.793
	Filtek Z-250	0.453	-0.871	0.931	10	0.552
Alt yüzey sertlik	NOVA	0.003	-1.419	0.913	10	0.299
	Filtek Z-250	-0.522	-1.079	0.926	10	0.406
Sertlik oranı	NOVA Compo-HS	-0.188	-1.02	0.938	10	0.534
	Filtek Z-250	0.957	2.301	0.930	10	0.450

Sd: Serbestlik derecesi

Tablo 3. Kompozit rezinlerin yüzey sertliği ile ilgili tanımlayıcı istatistikler ve karşılaştırma testi sonuçları

Özellik	Kompozit rezin	N	Ortalama	SS	Medyan (Min, Maks)	Bağımsız grup t-istatistiği	Önemlilik
Üst yüzey sertlik	NOVA Compo-HS	10	28.19	1.31	28.13 (25.57, 30.07)	t = -23.069	p < 0.001
	Filtek Z-250	10	60.17	4.18	59.35 (54.97, 67.20)		
Alt yüzey sertlik	NOVA Compo-HS	10	16.59	2.32	16.35 (13.50, 19.63)	t = -31.887	p < 0.001
	Filtek Z-250	10	55.82	3.12	56.39 (50.63, 59.45)		
Sertlik oranı	NOVA Compo-HS	10	0.59	0.086	0.57 (0.45, 0.70)	t = 11.064	p < 0.001
	Filtek Z-250	10	0.92	0.051	0.91 (0.86, 1.03)		

*SS: Standart sapma, Min: minimum, Maks: maksimum

Chemical Co., St.Louis, MO, ABD) satın alındı ve stok çözeltiler uygun kantitatif seyreltmeyle hazırlandı. 20 numunenin her birinden Bis-GMA'nın salımı, ortalama (SD) mg /mL olarak ifade edildi.

Polimerizasyon derinliği ve mikrosertlik deneyi

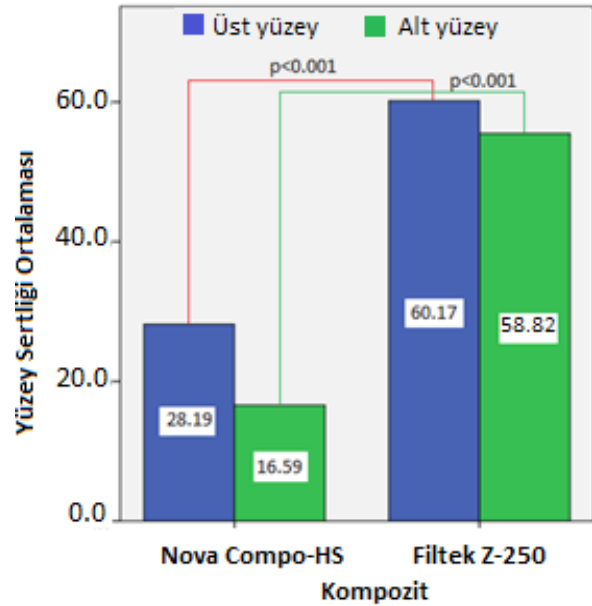
Polimerizasyondan sonra Filtek Z250 (n=10) ve NOVA Compo-HS (n=10) örnekleri 37 °C'de ve %100 nemde tam karanlıkta 24 saat saklandı. Her bir örneğin Vickers sertlik değerlerini (VHN) ölçmek için, 100 mN yük 10 saniye süre ile uygulandı. Örnek yüzeyinden 3 farklı noktadan ölçüm yapıldı ve bu değerlerin ortalaması alındı (Buehler MMT 3 dijital mikrosertlik cihazı, Lake Bluff, IL, ABD). Numunelerin sertlik ve sertlik oranı, aşağıdaki formül kullanılarak hesaplandı:

$Sertlik\ oranı = \frac{Alt\ yüzeyin\ Vickers\ sertik\ değeri}{Üst\ yüzeyin\ Vickers\ sertik\ değeri}$

İstatistiksel analiz

Shapiro-Wilk-W testi ile yapılan normallik kontrollerinde 'Bis-GMA' değişkeni normal dağılışa uyum gösterdi (NOVA Compo-HS: $W=0.907$, $p=0.261$; Filtek Z250: $W=0.898$, $p=0.207$), aynı şekilde 'üst yüzey sertliği' (NOVA Compo-HS: $W=0.961$, $p=0.793$; Filtek Z250: $W=0.931$, $p=0.552$) ve 'alt yüzey sertliği' de (NOVA Compo-HS: $W=0.913$, $p=0.299$; Filtek Z250: $W=0.926$, $p=0.406$) normal dağılışa uyum gösterdi. Sertlik oranına ait normallik kontrolünde, normal dağılıma uygunluk saptandı (NOVA Compo-HS: $W=0.938$, $p=0.534$; Filtek Z250: $W=0.930$, $p=0.450$) (Tablo 2).

NOVA Compo-HS ve Filtek Z250 kompozitlerin yüzey sertlik değerleri, Bis-GMA salım değerleri ve sertlik oranları normal dağılış gösterdiği için bağımsız gruplar t-testi ile karşılaştırıldı. Üst ve alt yüz sertlik değerleri aynı malzeme üzerinde ölçüm yapıldığı için bağımlı gruplar t-testi ile karşılaştırıldı. Analizlerde SPSS ver.18 paket program kullanıldı (SPSS, Chicago, IL, ABD). $p<0.05$ 'ten küçük önemliliğe sahip farklılıklar istatistiki olarak anlamlı kabul edildi.



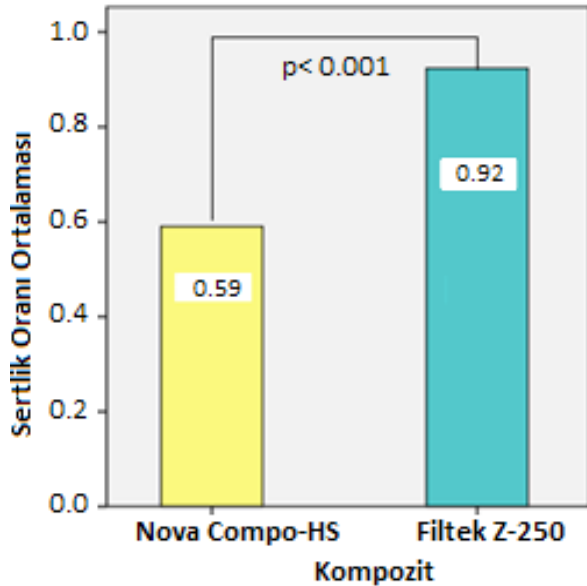
Şekil 1. Kompozit rezin örneklerinin üst ve alt yüzeylerin ortalama Vickers sertliği ve p önemlilik değeri

BULGULAR

Sertlik ve sertlik oranları

NOVA Compo-HS kompozitinin üst yüzey sertlik değeri ortalaması ve standart sapması 28.19 ± 1.31 , Filtek Z250 kompozitinin üst yüzey sertlik değeri ortalaması ve standart sapması 60.17 ± 4.18 olarak belirlendi ve aralarında önemli istatistiksel farklılık saptandı ($t=-23.069$, $p<0.001$). Aynı şekilde, NOVA Compo-HS kompozitinin alt yüzey sertlik değeri ortalaması ve standart sapması 16.59 ± 2.32 , Filtek Z250 kompozitinin alt yüzey sertlik değeri ortalaması ve standart sapması ise 58.82 ± 3.12 olarak belirlendi ve aralarında önemli istatistiksel farklılık saptandı ($t=-31.887$, $p<0.001$; Tablo 3 ve Şekil 1)

NOVA Compo-HS alt yüzeyi sertlik değeri ile üst yüzeyi sertlik değerleri arasında önemli farklılık gözlemlendi ($t=13.648$, $p<0.001$), aynı şekilde Filtek Z250



Şekil 2. Kompozit rezin örneklerinin üst ve alt yüzeylerin ortalama sertlik oranı ve p önemlilik değeri

kompozitinin üst ve alt yüzey sertlik değerleri arasında da önemli farklılık gözlemlendi ($t=4.680$, $p=0.001$). NOVA Compo-HS ve Filtek Z250 malzemelerinin sertlik oranları ortalamaları da sırasıyla 0.59 ± 0.086 ve 0.92 ± 0.51 idi ve aralarında önemli istatistiksel farklılık saptandı ($t=11.064$, $p<0.001$; Tablo 3 ve Şekil 2).

Bis-GMA salımı

NOVA Compo-HS ve Filtek Z250 kompozitlerine ait Bis-GMA salımı ortalama ve standart sapma değerleri sırasıyla 1.28 ± 0.20 ve 0.78 ± 0.13 bulundu, aralarında istatistiksel olarak önemli farklılık belirlendi ($t=6.605$, $p=0.001$; Tablo 4 ve Şekil 3).

TARTIŞMA

Kompozitin polimerizasyon etkinliği doğrudan veya dolaylı olarak değerlendirilebilir. İnfrared spektroskopisi ve lazer Raman spektroskopisi gibi dönüşüm derecesini değerlendiren doğrudan yöntemler, karmaşık, pahalı ve zaman alıcıdır. Dolaylı yöntemler sertlik testlerini içermektedir. Tabakaların yüzey sertliği dönüşüm derecesinin bir göstergesi olduğu gösterilmiştir ve yüzey sertliği ile kızılötesi spektroskopisi arasında iyi bir korelasyon olduğu da bildirilmiştir.¹⁹

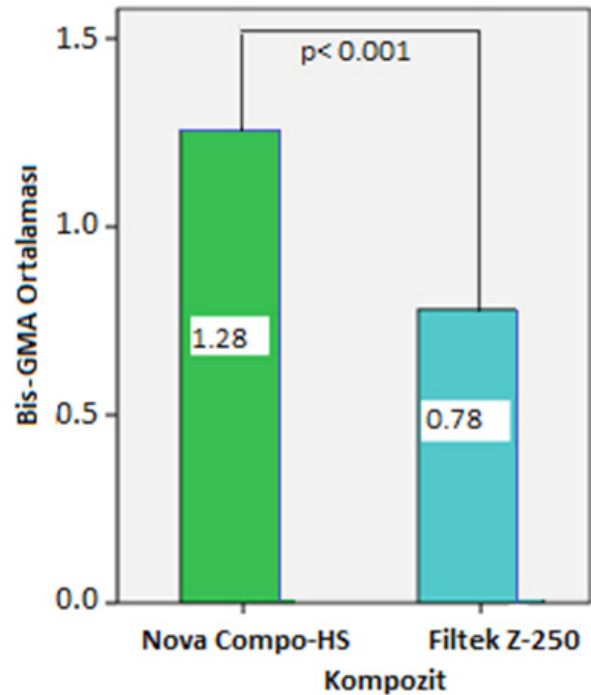
Bu çalışmanın sıfır hipotezi reddedildi. NOVA Compo-HS kompozit rezinin mikrosertliği ve alt yüzey/üst yüzey sertlik oranı diğer kompozit rezin materyalinden istatistiksel olarak az bulundu. NOVA Compo-HS kompozit rezinin üst yüzey sertlik derecesi 28.19 VHN'dir. Filtek Z250 rezininin üst yüzey sertlik derecesi 60.17 VHN'dir. Klinikte kullanılacak kompozit rezinin optimal Vickers sertliğinin kaç olması konusunda hala bir fikir birliği yoktur.²⁰ Bazı yazarlar, kompozit rezinler için, bu sertlik değerinin 50 VHN olmasını ideal olarak kabul

etmektedir.²¹ Yapılan başka bir çalışmada NOVA Compo-HS, mekanik özellikleri bakımından diğer posterior kompozitler kadar yeterli bulunmamıştır.²² Bu sonuç bizim çalışmamızla benzerdir.

NOVA Compo-HS kompozit rezinin alt/üst sertlik yüzey oranı 0.59 olarak belirlendi. Filtek Z250 rezininin alt/üst yüzey sertlik oranı 0.92'dir. Alt yüzeyi yeterince polimerize olarak kabul etmek için, 0.80 ve 0.85 değerleri kabul edilir.¹⁸

Bis-GMA oral maruziyetten sonra tükürükten tespit edilen bir BPA metabolitidir. BPA'nın prekanseröz ve kanseröz etkileri olabileceği düşünülmektedir.²³⁻²⁵ Dolayısıyla kullanılan malzemelerde Bis-GMA salımının düşük olması arzu edilir. Dental rezin malzemelerinden salınan artık monomerlerin kalitesi ve miktarını ölçmek için en yaygın ve güçlü ayırma yöntemi olan HPLC kullanılır.²⁶ HPLC, gaz kromatografisine tercih edilir çünkü monomerler mobil fazda çözünür olduğundan, ayırma işlemi üzerinde daha yüksek bir kontrol seviyesi sağlar.²⁷ Bu nedenle bu çalışmada da HPLC analizi kullanıldı.

Ferracane, intraoral sıvıların daha agresif organik çözücüler ve su arasında bir yerde bulunan çözücülerini temsil ettiğini belirterek, %75 etanol-su çözeltisi, bir gıda/oral simülasyon sıvısı olması nedeniyle FDA klinik olarak kullanımını tavsiye etmiştir.²⁸ Bu nedenle, ekstraksiyon deneylerimizi bu çözücüü kullanarak yaptık. Bis-GMA monomerleri de etanolde çözünürdür. Polimer ağırlı şişirme kabiliyetine %75 etanol-su çözeltisinin sahip olması beklenir ve reaksiyona girmemiş monomerlerin yığın rezinden ayrılmasını teşvik eder. Daha düşük



Şekil 3. Kompozit rezinlerden salınan ortalama Bis-GMA miktarı ve p önemlilik değeri

Tablo 4. Kompozit rezinlere ait Bis-GMA salınım için tanımlayıcı istatistikler ve karşılaştırma testi sonuçları

Özellik	Kompozit	N	Ort.	SS	Medyan (Min, Maks)	Bağımsız grup t-istatistiği	Önemlilik
Bis-GMA	NOVA	10	1.28	0.20	1.28 (0.84, 1.61)	t= 6.605	p < 0.001
	Compo-HS						
	Filtek Z-250						
		10	0.78	0.13	0.76 (0.62,1.09)		

Ort.: Ortalama, SS: standart sapma, Min: minimum, Maks: maksimum

bir dönüşüm derecesine sahip olan rezinler muhtemelen daha fazla serbest monomer ve daha büyük miktarda sızabilir monomer içerir.

Kompozit rezinlerde en yüksek Bis-GMA salınının ilk 24 saat içerisinde gerçekleştiği daha sonra çok az artış gösterdiği belirlenmiştir.^{28,29} Bundan dolayı çalışmamızda ilk 24 saat ölçümleri yapıldı. NOVA Compo-HS'den Bis-GMA salım miktarı 1.28mg/L, Filtek Z250'den Bis-GMA salım miktarı ise 0.78mg/L'dir.

EFSA (European Food Safety Authority; Avrupa Gıda Güvenliği Otoritesi) BPA'nın tolere edilebilir günlük alım miktarını 0.05 mg/kg va/gün (vücut ağırlığı/gün) olarak açıklamıştır.³⁰ Kadınların yaklaşık olarak ortalama 50 kg, erkeklerin 70 kg ağırlığa sahip olabilecekleri varsayılırsa günde 2.5-3.0 mg BPA alımı tolere edilebilir olduğuna göre her iki kompozitin saldıgı Bis-GMA miktarı farklı bulunmuş olsa da tolere edilebilir limitin altında kabul edilebilir olduğu görülmektedir.

NOVA Compo-HS özellikle arka grup dişlerin restorasyonunda kullanım için mikrosertlik özelliklerini geliştirmelidir. Ancak klinik başarıları hakkında daha kesin bir sonuca ulaşmak için daha uzun dönem klinik takip çalışmalarının yapılmasına ihtiyaç vardır.

SONUÇ

Mikro dolduruculu yeni kompozit rezin materyal olan NOVA Compo-HS, mikrosertlik bakımından diğer mikro dolduruculu Filtek Z250 kompoziti kadar yeterli bulunmadı. NOVA Compo-HS daha yüksek miktarda Bis-GMA salımı yaptığından küçük çocuklarda ve hamile kadınlarda daha dikkatli kullanılmalıdır.

KAYNAKLAR

1. Asmussen E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. Scand J Dent Res 1982;90:490-6.
2. Imazato S, McCabe JF, Tarumi H, Ehara A, Ebisu S. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. Dent Mater 2001;17:178-83.
3. Hume WR, Gerzina TM. Bioavailability of components of resin-based materials which are applied to teeth. Crit Rev Oral Biol Med 1996;7:172-9.
4. Nathanson D, Lertpitayakun P, Lamkin MS, Edalatpour M, Chou LI. In-vitro elution of leachable components from dental sealants. J Am Dent Assoc 1997;128:1517-23.
5. Geurtsen W, Lehmann F, Spahl W, Leyhausen G. Cytotoxicity of 35 dental resin composite monomers/additives in permanent 3T3 and three human primary fibroblast cultures. J Biomed Mater Res

1998;41:474-80.

6. Schweikl H, Schmalz G. Triethylene glycol dimethacrylate induces large deletions in the HPRT gene of V79 cells. Mutat Res 1999;438:71-8.
7. Munksgaard EC, Freund M. Enzymatic hydrolysis of (di)me-thacrylates and their polymers. Scand J Dent Res 1990;98:261-7.
8. Wataha JC, Hanks CT, Strawn SE, Fat JC. Cytotoxicity of components of resins and other dental restorative materials. J Oral Rehabil 1994;21:453-62.
9. Wataha JC, Rueggeberg FA, Lapp CA, Lewis JB, Lockwood PE, Ergle JW, et al. In vitro cytotoxicity of resin-containing restorative materials after aging in artificial saliva. Clin Oral Invest 1999;3:144-9.
10. Hanks CT, Wataha JC, Sun ZL. In vitro models of biocompatibility: A review. Dent Mater 1996;12:186-93.
11. Konradsson K, van Dijken JW. Interleukin-1 levels in gingival crevicular fluid adjacent to restorations of calcium aluminate cement and resin composite. J Clin Periodontol 2005;32:462-6.
12. Moszner N, Ulrich S. New developments of polymeric dental composites. Prog Polym Sci 2001;26:535-76.
13. Heil J, Reifferscheild G, Waldmann P, Leyhausen G, Geurtsen W. Genotoxicity of dental materials. Mutat Res 1996;368:181-94.
14. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. Dent Mater 1985;1:11-4.
15. Anusavice KJ. Physical properties of dental materials. In: Anusavice K, Shen C, Rawls HR, editors. Phillips' science of dental materials. 12th ed. St. Louis, MO: Saunders Elsevier Inc., 2013. p.63-4.
16. Mousavinasab SM, Meyers I. Comparison of depth of cure, hardness and heat generation of LED and high intensity QTH light sources. Eur J Dent 2011;5:299-304.
17. Galvao MR, Caldas SG, Bagnato VS, Rastelli AN, Andrade MF. Evaluation of degree of conversion and hardness of dental composites photoactivated with different light guide tips. Eur J Dent 2013;7:86-93.
18. Moore BK, Platt JA, Borges G, Chu TM, Katsilieri I. Depth of cure of dental resin composites: ISO 4049 depth and microhardness of types of materials and shades. Oper Dent 2008;33:408-12.
19. Knobloch LA, Kerby RE, Clelland N, Lee J. Hardness and degree of conversion of posterior packable composites. Oper Dent 2004;29:642-9.
20. Craig RG, Powers JM. Restorative Dental Materials. 11th ed. St. Louis: Mosby Elsevier; 2002.
21. Sharkey S, Ray N, Burke F, Ziada H, Hannigan A. Surface hardness of light-activated resin composites cured by two different visible light sources: an in vitro study. Quintessence Int 2001;32:401-5.
22. Çetin A, Hataysal A, Aktaş B. Yeni iki tip kompozit materyalin mekanik özelliklerinin karşılaştırılması. Selcuk Dent J 2018;5:194-202.
23. Ho SM, Tang WY, Belmonte de Frausto J, Prins GS. Developmental exposure to estradiol and Bisphenol-A increases susceptibility to prostate carcinogenesis and epigenetically regulates phosphodiesterase type 4 variant 4. Cancer Research 2006;66:5624-32.
24. Beronius A, Rudén C, Håkansson H, Hanberg A. Risk to all or none?: A comparative analysis of controversies in the health risk assessment of Bisphenol A. Reprod Toxicol 2010;29:132-46.
25. Durando M, Kass L, Piva J, Sonnenschein C, Soto AM, Luque

EH, et al. Prenatal bisphenol A exposure induces preneoplastic lesions in the mammary gland in Wistar rats. *Environ Health Perspect* 2007;115:80-6.

26. Altintas SH, Usumez A. Evaluation of TEGDMA leaching from four resin cements by HPLC. *Eur J Dent* 2012;6:255-62.

27. Moharamzadeh K, Van Noort R, Brook IM, Scutt AM. HPLC analysis of components released from dental composites with different resin compositions using different extraction media. *J Mater Sci: Mater Med* 2007;18:133-7.

28. Ferracane JL, Condon JR. Rate of elution of leachable components from composite. *Dent Mater* 1990;6:282-7.

29. Sideridou I, Achilias DS. Elution study of unreacted Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, and Bis-EMA from light-cured dental resins and resin composites using HPLC. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2005;74:617-26.

30. Statement of EFSA prepared by the Unit on food contact materials, enzymes, flavourings and processing aids (CEF) and the Unit on Assessment Methodology (AMU) on a study associating bisphenol A with medical disorders. *The EFSA Journal* 2008;838:1-3.

Evaluation of microhardness and Bis-GMA release of a new composite restorative material

ABSTRACT

OBJECTIVE: The aim of this study is to compare the microhardness, the degree of conversion and the elution of Bis-GMA of a new microhybrid composite for posterior restoration with a commonly used microhybrid composite material.

MATERIALS AND METHOD: In this study, a newly manufactured composite resin material with a microhybrid filler content (NOVA Compo-HS, Imicryl, Konya, Turkey) and another commercially available composite resin material containing microhybrid filler (Filtek Z-250, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) were used. 20 samples of each material were prepared in cylindrical form (2x2x2 mm). The amount of the eluted Bis-GMA from ten of the 20 samples for each material was analyzed by high performance liquid chromatography (HPLC) (Shimadzu, Model SPD 20A, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan). The Vickers surface microhardness of the other remaining ten of 20 samples for each material was measured and the polymerization depth was evaluated by calculating the Vickers hardness ratio. The statistical analysis was performed with two independent samples t-test.

RESULTS: There were differences between NOVA Compo-HS and Filtek Z250 in hardness values recorded on the upper and lower surfaces ($p < 0.001$). The amount of eluted Bis-GMA monomer from NOVA Compo-HS and Filtek Z250 was 1.28 mg/L and 0.78 mg/L. There was a statistically difference between the groups ($p < 0.001$).

CONCLUSION: NOVA Compo-HS, a new composite resin material with microfiller, was not found as sufficient as the other microfiller composite for the mechanical properties (surface microhardness and the ratio of bottom/top surface hardness values). The amount of eluted Bis-GMA monomers was higher in the NOVA Compo-HS composite than the Filtek Z250.

KEYWORDS: Bis-GMA; composite dental resin; hardness tests; HPLC