

## MİKROKRİSTALİN SELÜLOZ İÇEREN DENTAL KOMPOZİT REÇİNELERİN MEKANİK VE RENK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

### INVESTIGATION OF THE MECHANICAL AND COLOR CHARACTERISTICS OF MICROCRYSTALLINE CELLULOSE CONTAINING DENTAL COMPOSITE RESINS

Vildan SANKO\*

Dr. Öğr. Üyesi Zeynep BAŞAĞAOĞLU DEMİREKİN\*\*\*

Prof. Dr. Suha TÜRKASLAN\*\*\*

Dr. Öğr Üyesi Ümran AYDEMİR SEZER\*\*,(#)

Doç. Dr. Erdal EROĞLU\*\*\*

Doç. Dr. Serdar SEZER\*\*,(#)

**Makale Kodu/Article code:** 4142  
**Makale Gönderilme tarihi:** 08.08.2019  
**Kabul Tarihi:** 28.11.2019  
**DOI:** 10.17567/ataunidfd.652319

**Vildan Sanko:** ORCID ID: 0000-0003-0331-5967  
**Ümran Aydemir Sezer:** ORCID ID: 0000-0003-0864-0742  
**Zeynep Basağaoğlu Demirekin:** ORCID ID: 0000-0001-6717-8370  
**Erdal Eroğlu:** ORCID ID: 0000-0003-1446-0166  
**Suha Türkaslan:** ORCID ID: 0000-0002-8933-7149  
**Serdar Sezer:** ORCID ID: 0000-0002-6234-2271

#### ÖZ

**Amaç:** Mikrokristalin selülozun (MKS), dental reçine formülasyonu içerisinde kullanıldığında eğilme gerilimi ve mikro sertlik gibi mekanik özellikleri ve renk değişimi üzerindeki etkisini incelemektir.

**Gereç ve Yöntem:** Dental kompozit reçine gruplarında taşıyıcı sistem olarak Bisfenol A glisidilmetakrilat, trietilenglikoldimetakrilat, monomerleri kullanıldı. Foto-başlatıcı olarak kamforokinon ve yardımcı başlatıcı olarak ise 2-dimetilaminoetilmetakrilat tercih edildi. Dolgu malzemesi olarak MKS'nin farklı oranlarda karışımı kullanıldı. Kompozit reçinelerin eğilme gerilimi testi hem tasarlanan gruplar arasında hem de ticari ürün ile kıyaslandı.

**Bulgular:** Elde edilen sonuçlara göre geliştirilen kompozit reçinelerde MKS oranı artmasına rağmen eğilme geriliminde önemli bir değişiklik gözlenmemekte ve ticari ürüne göre daha zayıf mekanik özelliğe sahip olduğu belirlenmektedir. Bu değerler tasarlanan kompozit reçineler için: 35.31, 35.50, 39.85 MPa ticari ürün için ise 78.8 MPa olarak belirlendi. Örnekler için yapılan mikrosertlik sonuçlarına göre ise MKS oranının artmasıyla örneklerin mikro sertliğinin de artmış olduğu gözlenmektedir. Su, kola, çay ve kahve içeceklerinde bekletilen örnekler içerdikleri MKS oranına göre değerlendirilmiş olup, en fazla renk değişiminin %20 MKS içeren örneğin 1 hafta süresince kahve içerisinde bekletilmesiyle elde edildiği gözlemlendi.

**Sonuç:** Dental kompozit reçine sisteminde kullanılan MKS oranının artması örneklerin eğilme gerilimi özelliklerinde bir artışa neden olmazken mikrosertlik değerlerinde ve renk değişimlerinde önemli miktarda artışa sebep oldu.

**Anahtar Kelimeler:** Mikrokristalin selüloz, dental kompozit reçine, mikrosertlik, eğilme gerilimi, renk değişimi.

#### ABSTRACT

**Objective:** The aim of this study is to investigate the effect of microcrystalline cellulose (MCC) on mechanical properties such as bending stress and micro hardness when used in dental resin formulation and its effect on color change.

**Materials and Methods:** Bisphenol A glycidylmethacrylate, triethyleneglycoldimethacrylate monomers were used as carrier system in dental composite resin groups. Camphorquinone was preferred as the photoinitiator and 2-dimethylaminoethylmethacrylate as the co-initiator. Mixture of MCC in different proportions was used as filling material. The flexural stress test of the composite resins was compared between the designed groups and the commercial product.

**Results:** According to the results obtained, although the MCC ratio of the developed composite resins increased, no significant change in bending stress was observed and it was determined that it had weaker mechanical properties compared to the commercial product. These values are 35.31, 35.50, 39.85 MPa for the designed composite resins and 78.8 MPa for the commercial product. According to the microhardness results of the samples, it was observed that the micro hardness of the samples increased with increasing MCC ratio. Water, cola, tea and coffee beverages were evaluated according to their MCC content and maximum color change was obtained by keeping the sample containing 20% MCC in coffee for 1 week.

**Conclusion:** The increase in the MCC ratio used in the dental composite resin system did not cause an increase in the flexural stress properties of the samples, but also caused a significant increase in the microhardness values and color changes.

**Keywords:** Microcrystalline cellulose, dental composite resin, microhardness, flexural stress, color change.

\*Gebze Teknik Üniversitesi, Temel Bilimler Fakültesi, Kimya Bölümü, 41400, Kocaeli.

\*\*Süleyman Demirel Üniversitesi, Tıp Fakültesi, Tıbbi Farmakoloji ABD, 32260, Isparta.

\*\*\*Süleyman Demirel Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi, Protetik Diş Tedavisi AD, 32200, Isparta.

(#)YETEM, Yenilikçi Teknolojiler Uygulama ve Araştırma Merkezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, 32260, Isparta.

**Kaynakça Bilgisi:** Sanko V, Aydemir Sezer Ü, Başağaoğlu Demirekin Z, Eroğlu E, Türkaslan S, Sezer S. Mikrokristalin Selüloz İçeren Dental Kompozit Reçinelerin Mekanik ve Renk Özelliklerinin İncelenmesi. Atatürk Üniv Diş Hek Fak Derg 2020; 30: 181-7.

**Citation Information:** Sanko V, Aydemir Sezer U, Basagaoglu Demirekin Z, Eroglu E, Turkaslan S, Sezer S. Investigation of the Mechanical and Color Characteristics of Microcrystalline Cellulose Containing Dental Composite Resins. J Dent Fac Atatürk Uni 2020; 30: 181-7.



## GİRİŞ

Diş hekimliğinde kompozit reçine sistemleri kullanıcıların talepleri doğrultusunda halen gelişme gösteren alanlardan biridir. Bu sistemler sahip oldukları estetik özellikleri ve güvenilir kullanımlarından dolayı her geçen gün civa içeren amalgam restorasyonların yerini almaktadır.<sup>1</sup> Bileşiminde civa, gümüş, kalay ve bakır gibi metalleri içerdiği bilinen amalgamlar, bileşenlerinin toksik özellikte olması nedeniyle bazı Avrupa ülkeleri tarafından yasaklanmış olup<sup>2</sup>, reçine bazlı dental kompozitler ise 50 yıldan fazladır yaygın kullanımıyla önemli bir gelişme göstermiştir. Kompozit reçinelerin sert diş dokusu ile arasında sağlamış olduğu adezyon özelliği ve altın içeren dolgularla kıyaslandığında maliyetin daha uygun olması reçine bazlı kompozitleri avantajlı kılmaktadır.<sup>3,4</sup> Biyouyumluluk ve mekanik özellikleri bakımından gelişmekte olan biyomalzeme sınıfının önemli bir üyesi olan dental kompozit reçineler çoğunlukla silika, boron oksit, alüminum oksit, kalsiyum oksit, çinko oksit, titanyum oksit gibi inorganik dolgu malzemeleri içermektedir.<sup>5</sup>

Aljinat, kitosan, jelatin, kollajen, elastin, nişasta ve selüloz gibi doğal polimerlerin biyomedikal malzemelerde kullanımı son yıllarda oldukça yaygınlaşmıştır. Özellikle selülozun doğada en çok bulunan polimer olma özelliği ile biyomedikal alanda yoğun ilgi çekmektedir.<sup>6</sup> Ayrıca düşük maliyetli ve biyouyumlu özelliğe sahip olması da selüloza olan bu ilgiyi artırmaktadır.<sup>7</sup> Ancak, selülozik fiberlerin diş malzemelerinde kullanımı literatürde 2013 yılında Silva ve arkadaşlarının çalışmasına kadar belirtilmemiştir. İlgili çalışmada selüloz ve cam-iyonomer birlikte kullanılmış ancak cam iyonomerlerin şeffaflık ve hassasiyetinden dolayı meydana getirdiği olumsuz koşullar dental materyallerde kullanımlarını kısıtlamış ve mekanik özellikte önemli bir artış gözlenmediği belirtilmiştir.<sup>8</sup> Bilindiği gibi dental kompozit reçinelerde istenen en önemli özelliklerinden birisi, yeterli mekanik dayanıma sahip olmasıdır. Çekme dayanımı, darbe dayanımı, eğilme gerilimi, sertlik, kırılma tokluğu gibi birçok kriter dental kompozit reçinelerin mekanik özellikleri açısından üzerinde en çok çaba sarf edilen konulardır.

Diş ve restoratif materyal arasındaki doğru renk eşleşmesi hastaların yaşam kalitesini artırdığı için önem kazanmaktadır.<sup>9</sup> İç etkilerden kaynaklanabilen renk değişimleri özellikle polimerize edilen kompozit reçinelerde dönüştürülmemiş kamforokinon içermesinden kaynaklanmaktadır. Ayrıca, foto-başlatıcı sisteminin diğer bileşeni olan tersiyer aminler de ısı veya ışık

etkisi altında sarı veya kahverengi renk değişimine sebep olur. Kahve, kola, çay gibi dış etkenler ise kompozit reçinelerde renk değişimine sebep olabilir.<sup>10-13</sup> MKS biyouyumlu ve doğal yapısıyla medikal alanda son derece güvenli kullanım sunar.<sup>14,15</sup> Yüksek oranda kristal yapısından dolayı mekanik özellikleri iyileştirmede iyi bir dolgu maddesi olarak kullanılabilir.<sup>16,17</sup> Ayrıca kristal yapısından dolayı renk değişimine karşı dirençli bir profil sergileyebilir. Bu açıdan bakıldığında, MKS composite reçineler için iyi bir dolgu maddesi olabilir.

Bisfenol A glisidimetakrilat'ın (BisGMA)'nın yüksek viskozitesi, büyüyen makro-radikallerin hareketliliğini dezavantajlı hale getirir ve böylece polimerizasyonun erken aşamalarında difüzyon kontrollü mekanizmanın sona ermesine neden olur ve bu durum kısa sürede maksimum büzülme gerilimi oranına ulaşmasına sebebiyet verir.<sup>18</sup> Bununla birlikte, trietilen glikoldimetakrilat (TEGDMA) ilavesi su emilimini artırır, genel mekanik özellikleri azaltır ve renk stabilitesini engeller.<sup>19</sup> Ayrıca, Bis-GMA sahip olduğu yüksek viskozitesinden dolayı inorganik dolgu malzemesi kullanım oranını kısıtlamaktadır. Bu nedenle viskozitesi düşük bir monomer olan TEGDMA ile farklı oranlarda karışımı kullanılmaktadır.<sup>20</sup>

Bu çalışmada, yüksek viskoziteye sahip BisGMA ile diğer bir dimetakrilat türeviden olan TEGDMA monomerleri önceden belirlenen oranlarda karıştırılarak yaygın olarak bilinen foto-başlatıcı yardımı ile polimerizasyonu gerçekleştirilmiştir. Dolgu malzemesi olarak ise farklı miktarlarda MKS kullanılarak elde edilen farklı özelliklere sahip kompozit reçinelerin mikrosertlik (Vickers), eğilme gerilimi ve farklı içecekler içerisine 1 hafta süre ile renk değişimleri ölçülmüş ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yüzey özellikleri incelenmiştir. Özellikle renk değişimlerinde karşılaştırma yapmak için ticari bir ürün olan ve temel olarak baryum cam ve silisyum dioksidin dolgu maddesi içeren Zhermack®-Shade A1 kullanılmıştır. MKS içeren kompozit reçinelerin mekanik özellikleri açısından kendi içlerinde karşılaştırılması yapılmıştır.

## GEREÇ VE YÖNTEM

**Malzemeler.** Bu çalışmada kompozit reçine için taşıyıcı faz olarak Bisfenol A dimetakrilat (Sigma-Aldrich, >98% saflıkta, Missouri/ABD) ve trietilen glikoldimetakrilat (Sigma-Aldrich, 95% saflıkta, Missouri/ABD) kullanıldı. Foto başlatıcı sistemi olarak kamforokinon (Sigma-Aldrich, 97% saflıkta,



Missouri/ABD) ve 2-dimetilaminoetilmetakrilat (Sigma-Aldrich, 98% saflıkta, Missouri/ABD) kullanıldı. Dolgu malzemesi olarak ise mikrokristalin selüloz (Alfa Aesar, Massachusetts/ABD) kullanılmış olup, kompozit sistem LED (Delma Medical Instrument, Guangzhou/Çin) ışık kaynağı ile aktive edildi. Ticari dental resin olarak ise Zhermack®-Shade A1 kullanıldı. Elde edilen kompozit reçinelerin morfolojik özellikleri taramalı elektron mikroskobu (Jeol jsm-6510lv, Japonya) ile karakterize edildi.

**MKS İçeren Dental Kompozit Reçinelerin Hazırlanması.** Dental kompozit reçine sisteminin taşıyıcı fazı için BisGMA/TEGDMA monomer karışımı ağırlıkça 50:50 oranında kullanıldı. Bu sisteme ikili foto-başlatıcı yapısı olan kamforokinon (ağırlıkça %0.2) ve 2-dimetilaminoetilmetakrilat (DMEM, ağırlıkça %0.8) eklenerek kompozit reçineler hazırlandı. Dolgu malzemesi olarak ise %5, %10 ve %20 oranlarında MKS ilave edildi ve taşıyıcı sistem içerisinde spatül yardımıyla karışması sağlandı. Hazırlanan formülasyon akışkan olduğu için kompozitin homojenizasyonu için ek işleme tabi tutulmadı. LED ışığı ile polimerize edilme süresi 60 saniyedir. Elde edilen kompozit reçineler renk, mikrosertlik, eğilme gerilimi testleri için uygun ölçülerdeki kalıplarda LED ışık kaynağı kullanılarak polimerize edildi. Tablo 1, çalışma için hazırlanan örnek gruplarına ve içeriklerine yer vermektedir.

**Dental Kompozit Reçinelerin Bükülme Dayanımı Testleri.** ISO 4049:2009 standardına göre gerçekleştirilen eğilme gerilimi ve eğilme gerilimi modülü testleri için 2x2x25 mm boyutlarındaki örnekler, her grup için 20'şer adet hazırlandı.<sup>21</sup> Hazırlanan örneklerden her grup için 10 adet kuru ve 10 adet ıslak (24 saat oda sıcaklığında saf su içerisinde bekletilerek hazırlanmıştır.) test edildi.

Tablo 1. Çalışmada kullanılan örnek grupları ve kodları.

Örnek Kodu	Taşıyıcı Sistem	Dolgu Malzemesi ve Oranı
5MKS	Ağırlıkça %50:%50 BisGMA:TEGDMA	Ağırlıkça %5 MKS
10MKS	Ağırlıkça %50:%50 BisGMA:TEGDMA	Ağırlıkça %10 MKS
20MKS	Ağırlıkça %50:%50 BisGMA:TEGDMA	Ağırlıkça %20 MKS

**Dental Kompozit Reçinelerin Mikrosertlik Testleri.** Mikrosertlik testi ASTM E384-11 standardına göre ve Vickers elmas piramit çentik ucu ile gerçekleştirildi.<sup>22</sup> Kompozit reçinelerin mikrosertlik ölçümlerinde Vickers uç (Instron 2100, İngiltere)

kullanıldı. Bu analiz için 2 mm kalınlığında ve 1 cm çapındaki silindirik şeklindeki örneklerden her grup için 10'ar adet hazırlandı. Test yapılacak yüzeyler otomatik kafalı zımparalama-parlatma cihazı ile 1 dakika boyunca 300 rpm hızda zımparalanarak pürüzsüz hale getirildi (Struers Labopol 5, Danimarka). Test için 1mm/dk'lık hız kullanıldı. Ölçümler 300 g yükün 10 saniye süresince uygulanmasıyla gerçekleştirildi ve Vickers Sertliği (HV) değeri hesaplandı.

#### Renk Testi için İçeceklerin Hazırlanması.

Kompozit reçinelerin renk değişimini gözlemlemek için belirlenen içecekler tabloda belirtilen yöntemler ile hazırlandı (Tablo 2).<sup>10</sup>

Tablo 2. Renk değişim deneyi için kullanılan içeceklerin içerikleri ve hazırlanması.

ORTAM TÜRÜ	HAZIRLAMA YÖNTEMİ	İÇERİK	MARKA
Su	-	Saf su	-
Gazlı İçecek	-	-	Coca Cola
Çay	300 mL su (90°C) içerisinde 10 dakika bekletilerek hazırlanmıştır.	2 paket poşet çay	Lipton Yellow Label Tea
Kahve	300 mL su (90°C) içerisinde çözünerek hazırlanmıştır.	3.6 gr çözümlü kahve	Nescafe

#### Dental Kompozit Reçinelerin Renk Testleri.

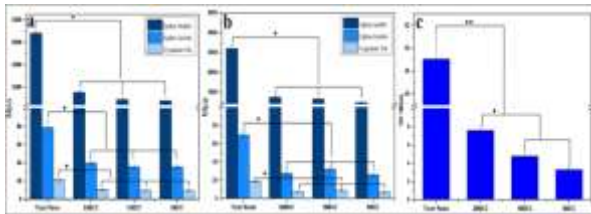
Kompozit reçinelerin renk değişiminin ölçülmesinde renk spektrofotometresi (Konica Minolta CM-5, Tokyo/Japonya) kullanıldı. Kalibrasyon cihaz üreticisinin sunduğu örneklerle yapıldı. Ölçümler cihazın haznesinde gerçekleştirilmiş olup yerleştirildikten sonra kapalı sistemde tamamen karanlık ortamda gerçekleştirildi. Cihaz her hangi bir hesaplama gerektirmeden  $\Delta E^*ab$  değerini vermektedir. Kompozit reçinelerin 2 mm kalınlığında ve 1 cm çapındaki silindirik kalıp içinde polimerize edilmesi ile elde edilen örnekler çalışmada kullanıldı. Örnekler su, kola, çay ve kahveden oluşan içeceklerinin her birinde 5'er tekrar olacak şekilde toplamda 20 adet hazırlandı. Ölçüm yapılacak olan yüzeyler otomatik kafalı zımparalama-parlatma cihazı ile 1 dakika boyunca 300 rpm hızda zımparalanarak pürüzsüz hale getirildi (Struers Labopol 5, Danimarka). Ölçümler renk cihazı ile yapılmış ve daha sonra örnekler 37°C'de bulunan içeceklerde her bir örnek 3 mL sıvı (çay, su, gazlı içecek veya kahve) içeren ayrı vida kapaklı kaptaki her gün 1 saat olacak şekilde 1 hafta bekletildi. Her gün gerçekleştirilen 1 saatlik içecek içerisinde bekletme işleminden sonra örnekler saf su ile yıkanarak kâğıt havlu ile kurutuldu. 1 hafta

sonunda tekrar ölçümleri alınan malzemelerin  $\Delta E^*ab$  değerleri alındı. Örneklerin çalışma sonrasında dijital fotoğrafları alındı. Ayrıca renk değişim grafikleri  $\Delta E^*ab$  değerleri dikkate alınarak çizildi.

**İstatistik Analiz:** Çalışmanın verileri, IBM SPSS Statistics 22 (IBM SPSS, Türkiye) ile istatistiksel olarak analiz edildi. Normal dağılım göstermeyen parametrelerin gruplar arası karşılaştırmaları Kruskal Wallis testi; farklılık yaratan grup Mann Whitney U testi ile belirlendi. Anlamlılık düzeyi  $p < 0.05$  ve  $p < 0.01$  düzeyinde değerlendirildi.

## BULGULAR

Bu çalışmada mekanik, morfolojik ve renk özellikleri kıyaslanacak olan ticari ürün, 5MKS, 10MKS ve 20MKS örnekleri için elde edilen bulgular Şekil 1, 2 ve 3'te verildi. Öncelikle eğilme gerilimi değerlendirilen örneklerin hem ıslak hem de kuru numuneleri için bulunan değerlerden elde edilen grafikler Şekil 1a ve 1b'de gösterildi. Çalışma kapsamında incelenen dental kompozit reçineler arasında hem ıslak hem de kuru örnekler için eğilme modülü ve eğilme gerilimi arasında önemli bir fark gözlenmedi ve ticari ürüne göre daha düşük mekanik özelliklere sahip olduğu gözlemlendi ( $p < 0.05$ ). Hem ıslak hem de kuru örneklerde eğilme modülü, eğilme gerilimi ve uygulanan yük değerleri açısından çalışma numunelerinde istatistiksel bir fark gözlenmezken ( $p > 0.05$ ), ticari üründe bu değerler açısından çalışma gruplarından anlamlı derecede yüksek değerler elde edildi ( $p < 0.05$ ). Islak ve kuru gruplar kıyaslandığında ise mekanik özelliklerde kuru örnekler göre önemli bir düşüş olduğu saptandı ( $p < 0.05$ ) (Tablo 3).



Şekil 1. Kuru ortamda bekletilen örnekler için eğilme testi sonuçları (a), Islak örnekler için eğilme testi sonuçları (b), Kuru örnekler için mikrosertlik testi sonuçları (c). \*,  $p < 0.05$ 'i ve \*\*  $p < 0.01$ 'i göstermektedir.

Kompozit reçineler kendi aralarında kıyaslandığında ise MKS oranının artmasıyla mikrosertlik değerlerinde önemli bir artış olduğu gözlemlendi. Sayısal

değerler incelenecek olursa HV değerleri ticari ürün için 49.03 MPa, 5MKS, 10MKS ve 20MKS örnekleri için ise sırasıyla 3.29, 4.76 ve 7.59 MPa olarak hesaplanmış olup Tablo 4'te standart sapmaları ile beraber verildi. MKS oranına göre mikrosertlik oranlarının arttığı belirlendi. 10MKS ile 5MKS örnekleri arasında mikrosertlik bakımından istatistiksel bir fark görülmemiş olup ( $p > 0.05$ ), 20MKS'nin mikrosertliği her iki çalışma numunesinden istatistiksel olarak daha yüksektir ( $p < 0.05$ ).

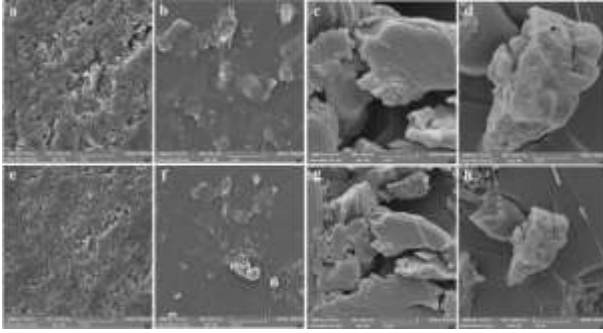
Tablo 3. Kuru ve ıslak örnekler için eğilme gerilimi test sonuçları.

Gruplar	Eğilme Modülü (MPa)	Standart Sapma ( $\pm$ )	Eğilme Gerilimi (MPa)	Standart Sapma ( $\pm$ )	Uygulanan Yük (MPa)	Standart Sapma ( $\pm$ )	
Kuru	Ticari Ürün	6824.77	643.85	78.80	6.63	21.05	1.77
	20MKS	1526.72	132.04	39.85	2.18	10.62	0.58
	10MKS	900.42	82.15	35.50	2.38	9.40	0.63
	5MKS	769.67	69.28	35.31	2.50	9.42	0.67
Islak	20MKS	731.98	54.00	27.07	1.65	7.22	0.44
	10MKS	641.63	50.78	32.01	2.50	8.63	0.67
	5MKS	482.81	34.81	25.68	1.97	6.65	0.52

Tablo 4. Mikrosertlik sonuçları.

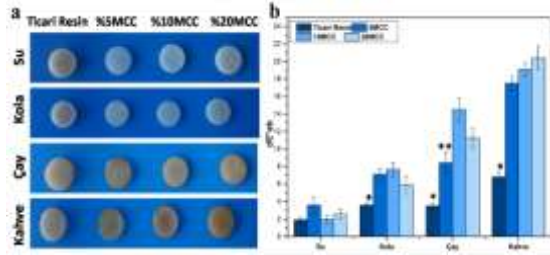
Gruplar	Mikrosertlik (MPa)	Standart Sapma ( $\pm$ )
Ticari Ürün	49.03	1.99
20MKS	7.59	0.50
10MKS	4.76	0.44
5MKS	3.29	0.19

Örneklerin morfolojik inceleme işleminde, örnekler karbon kaplı çift taraflı yapışkan bant kullanılarak alüminyum tutacak üzerine monte edildi. Püskürtme makinesinden yararlanılarak örneklerin ölçüm yapılacak yüzeyleri altın ile kaplandı. Eğilme mukavemeti testi sonrasında, kırılan numunelerin yüzeylerinden farklı büyütme oranlarında (a, b, c ve d için 10000x ve e, f, g ve h için 5000x) elde edilen SEM görüntülerine Şekil 2'de yer verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde tüm gruplarda dolgu maddelerin homojen dağılım gösterdiği ve 5MKS grubunun (Şekil 2b ve 2f) kesit yüzeyinin daha pürüzsüz olduğu, MKS oranı %10 (Şekil 2c ve 2g) ve %20'ye (Şekil 2d ve 2h) çıkartıldığında ise yüzeyin daha pürüzlü olduğu gözlemlenmektedir. Aynı büyütme oranları kullanılarak elde edilen görüntülerde dolgu maddesinin kompozit içerisinde artışına bağlı olarak dolgu maddelerinin görüntüde daha fazla yer aldığı gözlemlendi.



Şekil 2. Ticari ürün (a, e), 5MKS (b, f), 10MKS (c, g) ve 20MKS (d, h)'ye ait SEM görüntüleri

Bu çalışmada, hem MKS içeren gruplar hem de ticari ürünün su, kola, çay ve kahve içindeki renk değişimleri ölçüldü. Kompozit reçinelerden elde edilen renk değişimlerine ait dijital fotoğraf (Şekil 3a) ve 1 hafta boyunca farklı içeceklerde bekletilen örneklerin  $\Delta E^*ab$  değişim sonuçlarından elde edilen grafik Şekil 3b'de verildi. Dijital fotoğraflar incelendiğinde, tüm örneklerin su ve kola içerisindeki renk değişimleri birbirine yakın iken çay ve kahve içerisinde bekletilen örneklerin renk değişimlerinde önemli bir fark olduğu gözlemlendi. Bu fark, özellikle MKS içeren örneklerde daha fazla olarak tespit edildi. Renk cihazı ile yapılan ölçümler sonucu alınan değerlerin görsel olarak elde edilen sonuçlarla uyumlu olduğu gözlemlendi. Ölçümler için öncelikle içecek içinde bekletilmeden önce renk ölçümleri yapıldı ve bu değerlere göre 1 hafta içecek içerisinde bekletilen örneklerin tekrar ölçümleri alınarak  $\Delta E^*ab$  değişimleri belirlendi. Sonuçlar değerlendirildiğinde, renk değişimindeki farklılıkların bekletilme ortamlarına göre sırasıyla su, kola, çay ve kahvede artış gözlemlendiği belirlendi. Ticari üründe içecekler arasındaki en az renk değişimi gösterirken MKS içeren grupların renk değişimlerinde daha büyük farklar olduğu gözlemlendi. Her grup için sırasıyla su, kola, çay ve kahve içeceklerinde renk değişimi artış göstermekte olup, bu değişikliğin oranı gruplar arasında farklılık gösterdiği tespit edildi. En düşük renk değişimi suda olup en yüksek renk değişimi kahvede olduğu gözlemlendi. Her grup için su-kahve renk değişimleri farkı şu şekildedir; Ticari ürün: 4.924; 20MKS: 17.868; 10MKS: 17.176; 5MKS: 13.956. Değerler incelendiğinde en düşük fark ticari ürüne aittir. 20MKS ve 10MKS gruplarına ait farklar yaklaşık aynı olmakla beraber 5MKS grubundaki fark çalışma kapsamında tasarlanan kompozitler içinde en az değişikliği gösterdi.



Şekil 3. Çalışma gruplarına ait 1 hafta sonrasında farklı içeceklerde bekletilen örneklerdeki renk değişimlerine ait dijital fotoğraf (a), 1 hafta sonrasında farklı içeceklerde bekletilen örneklerin  $\Delta E^*ab$  değişimleri (b).

## TARTIŞMA

Bu çalışmada, kullanılan MKS dolgu malzemesinin kompozit reçine içerisindeki miktara bağlı eğilme mukavemeti, mikrosertlik ve renk değişimine etkileri incelenmiştir. MKS miktarının eğilme mukavemeti değerlerine önemli etkileri olmadığı gözlemlendi. Literatürde farklı ve benzer dolgu maddeleri ile yapılan çalışmalarda eğilme mukavemetine bu çalışmadakiyle benzer şekilde herhangi bir anlamlı katkıda bulunmayan örnekler mevcuttur. Khvostenko ve arkadaşlarının çalışmasında ise Bis-GMA ve TEGDMA monomerleri ağırlıkça %50/50 oranında kullanılmış ve dolgu malzemesi olarak %5, %10 ve %15 oranlarında biyoaktif cam ilave edilmiştir. Örnekler için bükülme mukavemeti (MPa) değerleri sırasıyla; 112.8, 116.4 ve 116.9 olarak belirlenmiştir.<sup>23</sup> Değerler incelendiğinde, dolgu malzemesi 3 katına çıkarılmasına rağmen eğilme geriliminde önemli bir artış gözlenmemiştir. Silva ve arkadaşlarının çalışmasında ise, selüloz ve cam-iyonomer birlikte kullanılmış ancak cam iyonomerlerin şeffaflık ve hassasiyetinden dolayı meydana getirdiği olumsuz koşullar dış malzemelerindeki kullanımlarını kısıtlamış ve mekanik özellikte önemli bir artış gözlenmediği belirtilmiştir.<sup>8</sup>

Mikrosertlik özellikleri değerlendirildiğinde eklenen MKS oranının doğru orantılı olarak etkili olduğu tespit edilmiştir. MKS'nin hidrofilik yapısından dolayı ıslak örneklerin yüzey sertliği yüzeyin su çekerek yumuşamasından dolayı ölçülemez. Yüzeydeki bu farklılık eğilme geriliminde önemli bir fark yaratmazken mikrosertlik değerlerine olumlu katkı sağladığı gözlemlendi. Ticari ürün ile hazırlanan kompozit reçineler karşılaştırıldığında ise SEM görüntüsünde de (Şekil 2a ve 2e) görüldüğü üzere içeriğinde yüksek oranda bulunan dolgu maddelerinden dolayı ticari ürüne ait yüzey oldukça pürüzlü bir yapıya sahip olup ve bu durum da mekanik özelliklere büyük ölçüde yansımıştır. Bu

çalışmada kullanılan numunelerde en yüksek doldurucu içeriğine sahip olan grup 20MKS olup %20 oranında doldurucu içermektedir. Ticari ürünler ise yüksek karıştırma teknolojisi kullanarak %60-90 arasında doldurucu içermektedirler. Bu yüzden mekanik değerlerin çalışma gruplarından yüksek çıkması beklenen bir durum olup, bu çalışmada kontrol ve kıyaslama amaçlı kullanıldı.

Dental kompozit reçinelere ait literatür çalışmalarında farklı türde ve oranlarda doldurucu içeren örnekler için mikrosertlik değerleri değerlendirildiğinde, Zhang ve arkadaşlarının çalışmalarında, Bis-GMA ve TEGDMA içeren sistemde doldurucu olarak hidrok-siapatit (HA) kullanılmıştır. %4-30 arasında değişen 6 farklı oranda HA içeren örneklerin mikrosertlik değerlerinin HA oranı arttıkça artış gösterdiği belirlenmiştir.<sup>24</sup> Ayrıca, Alsharif ve arkadaşlarının hazırladıkları dental kompozit reçinelere doldurucu olarak %0, %40, %50 ve %60 oranlarında ilave edilen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün mikrosertlik değerlerini sırasıyla 14.4, 18.6, 22.2 ve 23.5'e çıkarıldığını belirlemişlerdir.<sup>25</sup> Bu çalışmada mikrosertlik değerleri 5MKS ve 20MKS kıyaslamasında %100 civarında olup sertliğe etkisi çok daha fazladır. Fakat doldurucu miktarının ticari ürün kadar fazla olmaması ve hidrofilik yapısından dolayı mikro sertliğin ıslak olarak ölçülmesinin önüne geçmiştir. Bu sebepten ağız içi ortam taklidi sonucu elde edilememiş olup MKS oranının artırılması gerekmektedir.

Sonuç olarak tüm mekanik sonuçları ele alındığında çalışmada karşılaştırma amacıyla kullanılan ticari reçineye göre mekanik özellikler beklenildiği gibi oldukça düşük elde edilmiştir. Bunun başlıca sebebi, ticari reçinelerde dolgu oranının özel üretim metotları kullanılarak çok yüksek ve homojen tutulmasıdır. Ayrıca farklı türde dolgu maddeleri farklı mekanik özelliklerinin iyileştirmesine hizmet etmektedir. Bu çalışmada ise dolgu maddesi olarak sadece MKS kullanılmış olup, laboratuvar şartlarında homojen karıştırılabilir en yüksek oran %20'yi bulmuştur. Karıştırma işlemi laboratuvar şartlarında yapıldığı için daha yüksek orana çıkılamamıştır.

Renk değişimi tanımlı kişiden kişiye değişebileceği için ve insan gözünün fark edemeyeceği küçük renk değişimlerinin algılanması konusu dikkate alındığında, bir nesnenin renk özelliklerinin belirlenmesi 3 parametreden oluşan ve yaygın olarak kullanılan CIE (*Commission Internationale d'Eclairage*) sistemine göre belirlenmektedir. L\*a\*b\* ölçeği olarak bilinen bu sistemde renk değişimi  $\Delta E$  ( $\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$ ) nicel olarak tanımlanır.<sup>15</sup> Diş Hekimliğinde

restorasyon materyalleri ile doğal diş arasındaki doğru renk uyumu ve renk dengesi hastaların beklentilerini karşılamak adına oldukça önemlidir. Kompozit reçinenin kullanıldığı diş ile renk uyumunun mükemmel seviyede olup, uygulanan restorasyonun bütünüyle doğal görünmesi hem hekim hem de hasta tarafından arzu edilir. Çalışma kapsamında tasarlanan kompozit reçinelerin renk özellikleri sonucuna göre ise, MKS içeren gruplar ticari ürüne kıyasla daha fazla renk değişimi sergiledi. Su haricinde tüm içeceklerde renk değişimi ticari üründe en az olup anlamlı değerler elde edildi ( $p < 0.05$ ). Bunun yanında, sadece çay için 5MKS örneği 10MKS ve 20MKS örneklerine göre istatistiksel olarak daha az renk değişimine sebep olduğu görüldü ( $p < 0.05$ ). MKS oranının artması mekanik özelliklerde de belirtildiği gibi hidrofilik özelliklerinin artmasına, dolayısıyla içeceğin yapıda daha fazla tutunarak renk değişimine neden olduğu düşünülmektedir.

## SONUÇ

Bu çalışma kapsamında elde edilen sonuçlar şu şekildedir; biyomalzemelerde kullanılan, biyouyumlu ve iyi mekanik özelliklere sahip olduğu bilinen MKS'nin hidrofilik yapısından dolayı dental kompozit reçine içerisinde eğilme gerilimi gibi mekanik özelliğe ve renk değişimine olumlu bir katkıda bulunmadığı ancak, malzemelerin yüzey sertliğine önemli bir katkısı olduğu tespit edildi. Bu çalışmada MKS'nin tek başına ve orana bağlı etkisini incelemek amacıyla kompozit reçinelerde ticari reçinelerde olduğu gibi farklı dolgu maddeleri kullanılmamış olup sadece MKS oranları değiştirildi. Yüzey sertliğini artırıcı özelliğinden dolayı dental kompozit reçinelerde dolgu maddesi olarak eklenmesi uygun olmakla beraber hem bükülme mukavemetini hem de renk değişimini kontrol altında tutmak için ekleme oranı %5 ve altında olmalıdır.

**NOT: Çalışmada herhangi bir yazar, kurum ya da kuruluş ile çıkar çatışması içerisinde bulunmamaktadır. Makale daha önce hiçbir yerde yayınlanmamış ve yayınlamak üzere işlem görmemektedir**

## KAYNAKLAR

1. Ferracane JL. Resin based composite performance: Are there some things we can't predict. Dent Mater J 2013; 29:51-8.
2. Laviguer C, Zhu XX. Recent advances in the development of dental composite resins. RSC Adv 2012; 2:59-63.
3. Manhart J, Kunzelmann KH, Chen HY, Hickel R.



- Mechanical properties of new composite restorative materials. *J Biomed Mater Res* 2000; 53:353-61.
4. Jandt KD, Sigusch BW. Future perspectives of resin-based materials. *Dent Mater J* 2009; 25:1001-6.
  5. Habib E, Wang R, Wang Y, Zhu M, Zhu XX. Inorganic fillers for dental resin composites: present and future. *ACS Biomater-Sci Eng* 2016; 2:1-11.
  6. Jorfi M, Foster EJ. Recent advances in nanocellulose for biomedical applications. *J Appl Polym Sci* 2015; 41719:1-19.
  7. Joubert F, Musa OM, Hodgson DRW, Cameron NR. The preparation of graft copolymers of cellulose and cellulose derivatives using ATRP under homogeneous reaction conditions. *Chem Soc Rev* 2014; 43:7217-35.
  8. Silva RM, Santos PHN, Souza LB, Dumont VC, Soares JA, Santos MH. Effects of cellulose fibers on the physical and chemical properties of glass ionomer dental restorative materials. *Mater Res Bull* 2013; 48:118-26.
  9. Vichi A, Corciolani G, Davidson CL, Ferrari M. Color and opacity variations in three different resin-based composite products after UV aging. *Dent Mater J* 2004; 9:58-66.
  10. Ertaş E, Güler AU, Yücel AÇ, Köprülü H, Güler E. Color stability of resin composites after immersion in different drinks. *Dent Mater J* 2006; 25:371-376.
  11. Afzali BM, Ghasemi A, Mirani A, Abdolazimi Z, Baghban AA, Kharazifard MJ. Effect of ingested liquids on color change of composite resins. *J Dent* 2015; 12:577-84.
  12. Fontes ST, Fernandez MR, Moura CM, Meireles SS. Color Stability of a nanofill composite: Effect of different immersion media. *J App Oral Sci* 2009; 17:338-91.
  13. Stober T, Gilde H, Lenz P. Color stability of highly filled composite resin materials for facings. *Dent Mater J* 2001; 17:87-94.
  14. Rashid M, Gafur MA, Sharafat MK, Minami H, Miah MAJ, Ahmad H. Biocompatible microcrystalline cellulose particles from cotton wool and magnetization via a simple in situ co-precipitation method. *Carbohydr Polym* 2017; 170:72-9.
  15. Reier GE, Shangraw RF. Microcrystalline cellulose in tableting. *J Pharm Sci* 1966; 55:510-14.
  16. Petersson L, Oksman K. Biopolymer based nanocomposites: Comparing layered silicates and microcrystalline cellulose as nanoreinforcement. *Compos Sci Technol* 2006; 66:2187-96.
  17. Mathew AP, Oksman K, Sain M. Mechanical properties of biodegradable composites from poly lactic acid (PLA) and microcrystalline cellulose (MCC). *J Appl Polym Sci* 2005; 97:2014-25.
  18. Amirouche-Korichi A, Mouzali M, Watts DC. Shrinkage strain-rates study of dental composites based on (BisGMA/TEGDMA) monomers. *Arab J Chem* 2017; 10:S190-5.
  19. Gajewski VES, Preifer CS, Froes-Salgado NRG, Boaro LCC, Braga RR. Monomers used in resin composites: degree of conversion, mechanical properties and water sorption/solubility. *Braz Dent J* 2012; 23:508-14.
  20. Esteves RA, Boaro LCC, Gancalves F, Campos LMP, Silva CM, Rodrigues-Filho LE. Chemical and mechanical properties of experimental dental composites as a function of formulation and postcuring thermal treatment. *Biomed Res Int* 2018; 2018:1-6.
  21. ISO, Dentistry - Polymer-based restorative materials, ISO 4049:2009, International Organization for Standardization 2009.
  22. ASTM, Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials, ASTM E384-11, American Section of the International Association for Testing Materials, 2011.
  23. Khvostenko D, Mitchell JC, Hilton TJ, Ferracane JL, Kruzic JJ. Mechanical performance of novel bioactive glass containing dental restorative composites. *Dent Mater J* 2013; 29:1139-48.
  24. Zhang H, Darvell BW. Mechanical properties of hydroxyapatite whisker-reinforced bis-GMA-based resin composites. *Dent Mater J* 2012; 28:824-30.
  25. Alsharif SO, Bin MdAkil H, Abd El-Aziz NA, Bin Ahmad ZA. Effect of alumina particles loading on the mechanical properties of light-cured dental resin composites. *Mater and Des* 2014; 54:430-5.

#### Yazışma Adresi

Doç. Dr. Serdar SEZER,  
Süleyman Demirel Üniversitesi,  
Tıp Fakültesi, Tıbbi Farmakoloji ABD,  
32260, Isparta, Türkiye  
tel: 0 246 211 3622 faks: 0 246 211 2830  
e-mail: [serdarsezer@sdu.edu.tr](mailto:serdarsezer@sdu.edu.tr)

