

## YENİ DENTİN ADHEZİV AJANLARIN BAĞLANMA KUVVETLERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI VE KOPMA YÜZEYLERİİN SEM İLE DEĞERLENDİRİLMESİ

Nurhan Öztaş\*, Neşe Akal\*\*, Ayşegül Ölmez\*\*\*

### ÖZET

Kompozit rezinlerin klinik başarısındaki en önemli faktörlerden birisi restoratif materyal ile diş arasında oluşan bağlanma kuvvetidir. Bu çalışmada, dentin bonding ajanlardan Syntac, Clearfil Newbond, Prisma Universal Bond 3 ve Optibond'un dentin yüzeyine kesme-bağlanma kuvvetleri 36 örnekte in vitro olarak incelenmiş ve bazı örneklerin kopma yüzeyleri SEM ile değerlendirilmiştir. Optibond en üstün bağlanma özelliği gösterirken, diğer üç dentin bonding ajan arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmemiştir.

**Anahtar kelimeler :** Dentin bonding ajan, bağlanma kuvveti, scanning elektron mikroskop

### SUMMARY

#### Scanning Electron Microscopic Observation and Shear Bond Strength of Various Dentinal Adhesives

An important factor in the clinical success of dental resin composite is the adhesive bond form at the restorative material-tooth surface interface. In this study the shear bond strengths of four dentinal adhesives such as Syntac, Clearfil New Blond, Prisma Universal Bond 3 and Optibond were investigated in vitro on 36 deciduous teeth and evaluated some of the fracture surfaces of samples with SEM. While Optibond showed the strongest bond strength, there was no statistically difference among the other three dentin bonding agents.

**Key words :** Dentin bonding agent, adhesive bond, scaning electron microscope

### GİRİŞ

Kompozit rezin materyallerin özelliklerinin iyileştirilmesi ve kozmetik dişhekimliğinde artan önemi; direkt ve indirekt rezin restorasyonlarının süt ve daimi posterior dişlerde inley veya amalgam restorasyonlara alternatif olarak kullanımını artırmıştır. Ayrıca çocuk dişhekimliğinde renklenmiş, malforme, yaygın çürüklü veya travmaya uğramış anterior süt dişlerinin estetik restorasyonları çürügün hızla yayılması, minenin kalınlığı, pulpanın anatomsisi ve küçük diş boyutu nedeniyle zorluk yaratmaktadır. Süt dişi dentinine ve asitlenmiş mineye etkili bir bağlanma kompozit rezinlerin klinik başarısındaki en önemli faktörlerden birisidir (1,32).

Adhezyon eksikliğinin sonucu olarak tükrük ve

icerığının mikroboşluklardan geçmesi ile dolguda renklenme, restorasyonun kenarında kırılma, sekonder çürük, postoperatif hassasiyet ve pulpa patolojisi oluşmaktadır (10,14,30,33).

Kimyasal yapıları farklılıklar gösteren ve artık rutin olarak kullanılan dentin bonding materyaller kompozit rezinlerin dentin yüzeyine direkt olarak bağlanması sağlarlar. Bu durum kavite dizayında daha konservatif yaklaşılara olanak verir.

Son yıllarda yapılan in vitro çalışmalar yeni materyal ve metodların kullanılması ile dentin bonding materyallerin dentine adhezyonunda anlamlı bir artış göstermiştir (9,11,13,18,20).

Günümüzde kompozit rezinlerin polimerizas-

\* GÜ Dişhek. Fak. Pedodonti Anabilim Dalı, Yrd. Doç. Dr.

\*\* GÜ Dişhek. Fak. Pedodonti Anabilim Dalı, Doç. Dr.

\*\*\* GÜ Dişhek. Fak. Pedodonti Anabilim Dalı, Dr. Dt.

yon büzülmesini karşılayacak daha kuvvetli dentin bonding ajanlarının üretimi için çalışmalar devam etmektedir.

Çalışmamızın amacı 3. jenerasyon dentin bonding ajanlarından Clearfil New Bond (Cavex), Syntac (Vivadent), Prizma Universal Bond 3 (Caulk-Dentsply) ve son zamanlarda geliştirilen Optibond (Kerr)'un süt dişi dentinine kesme bağlanma kuvvetlerinin incelenmesi ve fraktür yüzeylerinin SEM'da değerlendirilmesidir.

#### GEREÇ VE YÖNTEM

Çalışmamızda 36 adet çürüksüz maxiller ve mandibuler süt molar diş kullanıldı. Dişler kronları dışında kalacak şekilde akrilik rezin bloklara gömüldü. Kronların okluzal 1/3'leri horizontal olarak dişin uzun aksına dik yönde düşük hızlı separe ile su altında kesildi. Mine ile çevrili yüzeyel dentin tabakası bırakıldı. Kesilen yüzeyler silikon karbid zımpara ile zımparalanarak benzer smear tabakalar oluşturuldu. İyice yıkandı ve kurutuldu. Örnekler 9'ar dişlik gruptara ayrıldı. Clearfil New Bond, Syntac, Prizma Universal Bond 3 ve Optibond üretici firmaların önerilerine göre dişlerin bütün dentin yüzeylerine uygulandı (Tablo I). Daha sonra 2 mm yüksekliğinde 1.5 mm çapında plastik kalıplar dentin yüzeyinin ortasına yerleştirilerek inkremental teknik ile kompozit rezin (Cavex Clerarfil Ray) dolduruldu ve ışınıla polimerize edildi. Tüm dişlerde işlemler tamamlandıktan sonra plastik kalıplar çıkar-

**Tablo I.** Çalışmada Kullanılan Dentin Adheziv Materyaller

- Clearfil New Bond (Cavex)
  - Asit
  - Adhesiv
- Syntac (Vivadent)
  - Primer
  - Adhesiv
  - Helibond
- Prizma Universal Bond 3 (Caulk-Dentsplay)
  - Primer
  - Adhesiv
  - Bonding Resin
- Optibond (Kerr)
  - Optibond Prime
  - Adhesiv

tilarak dişler steril salin içerisinde 37 °C'de 24 saat bekletildi. Daha sonra örnekler 15 sn. süre ile 37 °C + 55 °C + 37 °C ve 5 °C su banyolarına 300 kez daldırılarak termal siklusa tabi tutuldu.

Kesme bağlanma kuvvetlerinin ölçümü Instron Universal Test aleti ile yapıldı. Ölçümler kg olarak elde edildi ve Mega Pascal'e çevrildi.

İstatistiksel analiz tek yönlü varyans analizi ve Newman Keuls Student oran testi ile yapıldı.

Örnekler fraktür tipinin kompozit veya dentin'e koheziv mi, yüzeyler arasında adhesiv mi yoksa kombine mi olduğunu saptamak için x 30 büyütmede binokular mikroskop kullanılarak incelendi. Her gruptan seçilen 2'ser örneğin üst kısımlarından 3-4 mm kalınlığında kesitler alınarak %10'luk formalin içeresine konuldu. ODTÜ Metalurji Mühendisliği Bölümünde SEM'da değerlendirilerek fotoğrafları çekildi.

#### BULGULAR

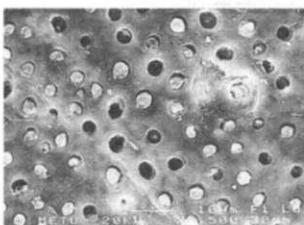
Çalışmada kullanılan adheziv materyallerin maximum ve minimum kesme bağlanma kuvvetleri, ortalamları ve standart sapmaları tabloda gösterilmiştir (Tablo II). Optibond ile diğer adhezivler arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmuştur. Diğer üç arasında istatistiksel bir farklılık bulgulanmamıştır. Optibond'un 24.9 MPa ile ölçülmüşdür diğeri adhezivlerden daha kuvvetli bir bağlanma kuvveti olduğu gözlenmiştir.

**Tablo II.** Materyallerin Kesme-Bağlanma Kuvvet Değerleri [Her grup için örnek sayısı (n):9]

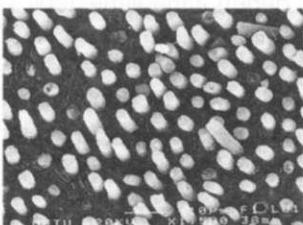
	Min. Max değer (MPa)	Ortalama (MPa)	Standart Sapta
•New Bond	5.3-11.1	8.2	2.0
•Syntac	4.1-21.2	10.2	5.1
•Prizma Universal Bond 3	6.2-26.6	14.9	6.8
• Optibond	7.7-41.6	24.9*	12.3

\* p<0.05

SEM incelemelerinde Clearfil New Bond uygulamalarında asit smear tabakayı kaldırdığı ve dentin tüberllerinin açığa çıktığı görülmektedir. Tüm örneklerde bonding materyalinin koheziv ve adheziv fraktürü bir arada izlenmektedir. Kırılma sonrasında dentin tüberllerinin yer yer boş, yer yer de bonding materyal ile dolu olduğu görülmüştür (Resim 1). Aynı örneğin rezin tarafında fraktür yüzeyinde bonding materyalin uzantıları gözlenmektedir (Resim 2).



Resim 1. Clearfil New Bond uygulanan diş yüzeyindeki adheziv fraktür

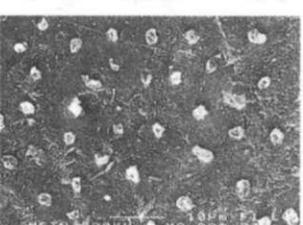


Resim 2. 1 no'lu örneğin kompozit rezin tarafında görünümü

Syntac uygulamalarında asit primer smear tabakanın bir kısmını kaldırırmakta, ancak bazı dentin tüberleri tam olarak açılmayıp dentin yüzeyindeki debriz ile tıkalı kalabilmektedir. Syntac örneklerinin SEM incelemesinde genellikle adhezivin koheziv praktürü izlendi. Dentin kanallarının içerisinde kırılmış adhesiv materyal (Resim 3)'de görülmektedir. Örneğin kompozit tarafında tüberlere penetre olmuş ve kırılmış Syntac adheziv çıktıları izlenmektedir (Resim 4).



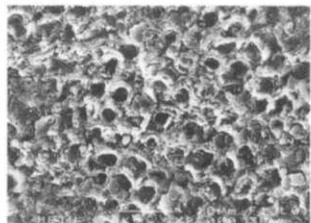
Resim 3. Syntac uygulanan diş yüzeyindeki adheziv fraktür



Resim 4. 3 no'lu örneğin kompozit rezin tarafında görünümü

Prizma Universal Bond 3 örneklerinde tüm fraktürler adheziv idi. Bu materyalin uygulanmasında primerdeki PENTA ve HEMA smear tabakayı kaldırımayıp penetre olmakta ve hidroksipatit ile kompleks oluşturarak dentine bağlanmaktadır. Dentin yüzeyinde primer uygulanmış smear tabakanın görünümü ve primer ile adheziv arasındaki

kopma (Resim 5)'de görülmektedir. Örneğin kompozit tarafında ise kompozit rezin üzerinde adheziv çıktıları izlenmektedir (Resim 6).

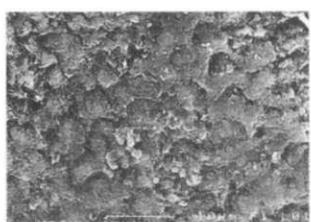


Resim 5. Prizma Universal Bond 3'ün diş yüzeyindeki adheziv fraktür

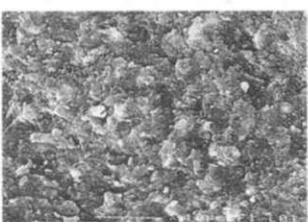


Resim 6. 5 no'lu resimdeki örneğin kompozit rezin tarafındaki yüzeyin görünümü

Dentine bağlanması kuvvetinin en fazla bulunduğu Optibond örneklerinin tümünde ise koheziv fraktürler izlendi. Örneğin diş üzerindeki fraktür yüzeyinde kompozitin kendi içinde koheziv fraktürü izlendi (Resim 7). Örneğin rezin tarafında ise yine kendi içinde kopan kompozit yüzeyi görülmektedir (Resim 8).



Resim 7. Optibond'un diş yüzeyindeki adheziv fraktür



Resim 8. 7 no'lu örneğin kompozit rezin tarafındaki koheziv fraktürüne görünümlü

## TARTIŞMA

Restoratif materyallerin mineye adhezyonunun yanı sıra dentin bonding ajanları dentine bağlanması da günümüzde rutin bir işlem olarak yer almıştır. Ancak dentinin içeriğinin mineden farklı oluşu ve kompleks histolojik yapısı sonucu dentine bağlanması daha zor ve karmaşıktır (16,24,34,39).

Dentin bonding materyallerin en çok bildirilen özellikleri dentine kesme-bağlanma kuvvetini yalnız farklı çalışmalarda değil aynı çalışmada bile değişiklikler göstermiştir (2,6,26,27,28,36).

Ayrıca dentinin yapısındaki ve kompozisyonundaki bölgesel varyasyonlar, derinliğin yanı sıra yaş, çürük, diş tipi, abrazyon gibi faktörlerle de ilişkilidir (5,18,22,35). Bu faktörler bizim çalışmamızda da

elde edilen değişik değerlerdeki bağlanma kuvvetlerini açıklayabilir. Araştırmamızda bu faktörleri en azı indirmek için aynı yaş grubundan, çürüksüz, aynı tip süt dişi kullanıldı ve aynı derinlikte kesim yapılmaya çalışıldı.

Yine dişlerin çekilmesinden sonra geçen sürenin bağlanma kuvvetine etkisi araştırılmış ve etkisinin nisbeten çok az olduğu ve 6 aylık periodun tavsiye edilebilir bir süre olduğu bildirilmiştir (4,31). Labaratuvar çalışmalarında en çok kullanılan saklama solüsyonları su, salin ve formalindir (12,19,22). Araştırmamızda kullanılan dişler 2 ay içerisinde teste tabi tutulmuş ve bu süre zarfında steril solüsyon içerisinde saklanmıştır.

*In vivo* şartlardaki ısı değişikliklerini taklit etmek amacıyla son yıllarda rutin olarak yapılan "thermocycling" işlemi örneklerimize uygulanmıştır (34).

Piyasada çok değişik kimyasal yapıda dentin bonding materyaller bulunmaktadır. Genel olarak prensipleri benzerdir. Asit yada "conditioner" ile smear tabakayı kaldırarak ya da modifiye ederek dentin tübüllerini açığa çıkartır, intertübüler ve pretübüler dentini dekalsifiye ederek kollajeni bir ağ örgüsü şeklinde bırakır. Primeri kollojen ağına penetrer olur ve üzerine uygulanan adheziv rezin dentine infiltre olarak polimerize edilir. Böylece kimyasal bağlanmanın yanısıra mekanik bir bağlanma da el edilir (15,23,24,37). İyi bir dentin bonding materyel hızla dentine bağlanma oluşturmeli, rezinin polimerizasyonu sırasında oluşan kontraksiyon bütünlüğe direnç göstermeli ve dentin yüzeyi ile restorasyon arasında mikro boşluk oluşturmamalıdır (14). Yapılan sizıntı çalışmaları bugüne kadar söyle bir materyelin henüz bulunmadığını göstermektedir (17,27,29).

Gruplarımıza arasında en düşük bağlanma değerini ortalama 8.2 MPa ile Clearfil New Bond göstermiştir. Kompozit ile bonding materyal arasında adheziv ve koheziv fraktürler bir arada gözlenmiştir. Prati ve ark. (27), Clearfil New Bond'un dentine 7.2 MPa ile 8.0 MPa lik bir bağlanma kuvveti gösterdiğini bildirmiştir. Bu sonuçlar bizim sonuçlarımıza benzerlik göstermektedir.

İkinci grubumuz olan Syntac'da ise ortalama 10.4 MPa değerinde bağlanma kuvveti elde edilmiştir. Literatürde yapılan çalışmalarla genellikle Syntac için 13-15 MPa'lık bağlanma değeri bildirilmiştir (8,14,16). Bu farklı sonuç çalışmamızda kullanılan materyalin süt dişi olmasına bağlı olarak, süt dişi dentinin yapısındaki varyasyonlardan kaynaklanabilir. Ayrıca daha önce bahsettiğimiz gibi bir dentin bonding ajandan farklı çalışmalarla olduğu gibi aynı çalışmada bile farklı bağlanma değerleri alınabilmektedir (2,6,26-28,36).

Prizma Universal Bond 3 grubunda ortalama 14.9 MPa lik bağlanma kuvveti elde edilmiştir. Prizma Universal Bond 3 de primerinde aseton içersinde %10 luk HETMA solüsyonu vardır. Aseton bazlı hidrofilik primer solüsyonlarının nemli dentine daha iyi bağlandığı bildirilmiştir (8,10,18).

En son üretilen dentin bonding ajanlarından dual-cure Optibond çalışma ortalamada 24.9 MPa ile en yüksek bağlanma değerini göstermiştir. Mazzeo ve ark. (21), Optibond ile 1995 yılında yaptıkları çalışmada ortalama 20.5 MPa lik bağlanma kuvveti bildirmiştir. Ayrıca Optibondun nemli dentine daha kuvvetli bağlanma özelliğinin bildirilmesi klinik uygulamalarda avantaj sağlamaktadır (9,38).

Optibondun primerindeki HEMA hidrofilik bir rezindir, kolaylıkla nemli demineralize dentine infiltre olur ve kollajen ağına nüfuz eder. Adheziv rezini %48 doldurucu içerir. Bu dolduruculu ara tabaka restoratif rezinin kontraksiyon bütünlüğünü hafifletmektedir ve marginal bütünlüğünü korumaktadır. Bunu yanısıra dual-cure özelliği de polimerizasyon bütünlüğünü azaltmaktadır (9,25).

Optibond uygulanan örneklerimizin hepsinde kompozitte koheziv fraktür görülmüştür. Bu da bize süt dişi dentin ajanının polimerizasyon bütünlüğüne karşı koyabilmesi için bağlanma kuvvetinin 20 MPa ve daha yüksek olması gerektiğini bildirmektedir (3,6,7,29). Böylece dentin ile restoratif materyaller arasında mikro boşluklar ve buna bağlı olarak marginal renklenme, mikrosızıntı, bakteri infiltrasyonu ve marginal renklenme, mikrosızıntı,

bakteri infiltrasyonu ve postoperatif pulpa iltihabı en azı indirilmiş olacaktır. Yüksek bağlanma değeri gösteren dentin bonding materyaller aşırı harap olmuş anterior ve posterior süt dişlerinin restorasyonunda klinik avantajlar getirecektir. Günümüzde üretilen dentin bonding ajanlarının nemli dentine in-vitro ve invivo performansının uzun süreli değerlendirilmesi için çalışmalar devam etmektedir.

#### KAYNAKLAR

1. Atkins CO, Rubenstein L, Avent M. Preliminary clinical evaluation of dentinal and enamel bonding in primary anterior teeth. *J Pedod* 1986;10:239-46.
2. Barkmeier WW, Cooley RL. Shear bond strength of the Tenure Solution dentin bonding system. *Am J Dent* 1989;2:263-265
3. Barkmeier VW, Cooley RL. Laboratory evaluation of adhesive systems. *Oper Dent* 1992; (Supply 5): 50-61.
4. Carracho AJL, Chappell RP, Glaros AG, Purk JH. The effect of storage and thermocycling on the shear bond strength of three dentinal adhesives. *Quint Int* 1991;22:745-752.
5. Chappell RP, Eick JD, Mixson JM, Theisen CC. Shear bond strength and scanning electron microscopic observation of four dentinal adhesives. *Quint Int* 1990;21:303-310.
6. Chappell RP, Eick JD, Theisen FC, Carracho, AJL. Shear bond strength and scanning electron microscopic observation of current dentinal adhesives. *Quint Int* 1991;22:831-839.
7. Chappell RP, Eick JD, Morgan R. Shear bond strength and SEM observation of the newest dentin adhesives *J Dent Res* 1992;71:170, abstract 513.
8. Chappell RP, Eick JD. Shear bond strength and scanning electron microscopic observation of six current dentinal adhesives. *Quint Int* 1994;25:359-363.
9. Charlton DG, Beatty MW- The Effect of Dentin Surface Moisture on Bond Strength to Dentin Bonding Agents. *Oper Dent* 1994;19:154-158.
10. Eick JD, Robinson SJ, Byerley TJ, Chappelow CC. Adhesives and nonshrinking dental resins of the future. *Quint Int*. 1993;24:632-640.
11. Erickson RL. Surface interactions of dentin adhesive materials. *Oper Dent* 1992;(Suppl 5):81-94.
12. Goodis HE, Marshall GW, White JM. The effects of storage after extraction of the teeth on human dentine permeability invitro. *Arch Oral Biol* 1991;36:561-566.
13. Holtan JR, Nystrom GP, Olin PS, Phelps RA, Phillips JJ, Sakaguchi RL. Shear bond strength of six dentinal adhesives. *J Dent Res*. 1992;71:662, Abstract 1174.
14. Holtan JR, Nystrom GD, Rensch SE, Phelps RA, Douglas WH. Microleakage of Five Dentinal Adhesives. *Oper Dent*. 1993;19:189-193.
15. Inokoshi S, Hosoda H, Harnirattisai C, Shimada Y. Interfacial structure between dentin and seven dentin bonding systems revealed using argon ion beam etching. *Oper Dent* 1993;18:8-16.
16. Johnson GH, Powell LV, Gordon GE. Dentin Bonding Systems: A review of Current Products and Techniques. *JADA* 1991;122:34-41.
17. Kanca J. Microleakage of five dentin bonding systems. *Dent Mater* 1989;5:415416.
18. Kanca, J. Resin bonding to wet substrate 1. Bonding to dentin. *Quint Int* 1992;23:39-41.
19. Kimura S, Shimizu T, Fujii B. Influence of dentin on bonding of composite resin. Part 1. Effect of fresh dentin and storage conditions. *Dent Mater J* 1985;4:68-80.
20. Los SA, Barkmeier WW. Effects of dentin surface treatments on adhesive bond strengths. *J Dent Res* 1993;72:133, Abstract 238.
21. Mazzeo N, Norman WO, Hondrum SO. Resin bonding to primary teeth using three adhesive systems. *Ped Dent* 1995;17:112-115.
22. Mitchem JC, Gronas DG. Effects of time after extraction and depth of dentin on resin dentin adhesives. *J Am Dent Assoc* 1986;113:285-287.
23. Pashley DH. The effects of acid etching on the pulpodentin complex. *Oper Dent* 1992;17:229-242.
24. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. *Quint Int* 1993;24:618-631.
25. Perdigão J, Swift E.J. Analysis of dental adhesive systems using scanning electron microscopy. *Int Dent J* 1994;44:349-359.
26. Prati C, Biagini G, Rizzoli C, Nucci C, Zucchini C, Montanari G. Shear bond strength and SEM evaluation of dentinal bonding systems. *Am J Dent* 1990;3:283-288.
27. Prati C, Nucci C, Montanari G. Shear bond strength and microleakage of dentin bonding systems. *J Prosthet Dent*. 1991;65:401-407.
28. Retief DH. Adhesion to dentin. *J Esthet Dent* 1991;3:106-113.
29. Retief DH, Mandras RS, Russell CM. Relationship between shear bond strength and quantitative microleakage. *J Dent Res* 1992 b: 71:615, Abstract 799.
30. Retief DH. Do adhesives prevent microleakage. *Int Dent J* 1994;44:19-26.
31. Rueggeberg FA. Substrate for adhesion testing to tooth structure -Review of the literature. *Dent Mater* 1991;7:2-10.

32. Salama FS, Tao L. Comparison of Gluma bond strength to primary vs. permanent teeth. *Pediatr Dent.* 1991;13:163-66.
33. Saunders WP, Grieve AR, Russell EM. Alani Ah. The effects of dentine bonding agents on marginal leakage of composite restorations. *J Oral Rehabil* 1990;17:519-27.
34. Swift EJ, Perdigao J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: A brief history and state of the art, 1995. *Quint Int* 1995;26:95-110.
35. Tagami J, Tao L, Pashley DH. Correlation among dentin depth, permeability and bond strength of adhesive resins. *Dent Mater* 1990;6:45-50.
36. Triolo PT, Swift EJ. Shear bond strengths of ten dentin adhesive systems. *Dent Mater* 1992;8:370-374.
37. Van Meerbeek B, Lambrechts P, Inokoshi S, Braem M, Vanherle G. Factors affecting adhesion to mineralized tissues. *Oper Dent* 1992;17:111-124.
38. Vargas MA, Denehy GE, Ratananakin T. Amalgam Shear Bond Strength to Dentin Using Different Bonding Agents *Oper Dent* 1994;19:224-227.
39. Yu XY, Wieczkowski G, Davis EL, Joynt R.B. Scanning electron microscopic study of dentinal surfaces treated with various dentinal bonding agents. *Quint Int* 1990;21:989-999.