







TARİHİ GEÇMİŞ KOMPOZİT REZİNLERİ KULLANMAK MÜMKÜN MÜ? : FTIR ANALİZİ

IS IT POSSIBLE TO USE EXPIRED RESIN COMPOSITES? : FTIR ANALYSIS

Seda Özmen¹ , Bengü Doğu Kaya¹ , Ayşe Aslı Şenol¹ , Bora Korkut¹ ,
Bilge Tarçın¹ , Pınar Yılmaz Atalı¹ 

¹Marmara Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı, İstanbul, Türkiye

ÖZET

Amaç: Bu çalışmanın amacı; son kullanma tarihleri 1 yıl, 2 yıl ve 3 yıl geçmiş rezin kompozitlerin (RK) dönüşüm derecelerini karşılaştırarak kullanımlarındaki güven aralığını değerlendirmektir. **Materyal ve Metod:** Üç farklı RK'den (Herculite XRV-Ultra A2-dentin, son kullanma tarihi 3 yıl ve 1 yıl geçmiş; Herculite Classic A2, son kullanma tarihi 2 yıl geçmiş; Kerr) 9 adet disk (8 x2 mm) hazırlandı (n=3). RK silikon kalıplara yerleştirildi, her iki tarafı şeffaf bantlar ile kapatıldı ve LED ışıklı cihaz ile (Valo, Ultradent) ile 20 sn parmak basıncı altında polimerizasyonu takiben numuneler 37°C'de 24 saat distile suda bekletildi. Dönüşüm derecesini (%DC) belirlemek için Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektrometre (FT-IR, JASCO) ile örnekleme kullanılarak polimerize olmuş ve olmamış kompozitler üzerinde spektral analizler yapıldı. Ortaya çıkan FT-IR spektrumu, 20 °C ortam sıcaklığında 4000–400 cm⁻¹ spektral aralığında kaydedildi; kullanılan çözünürlük dört tarama ile 4 cm⁻¹'dir. Veriler SPSS (SPSS Inc.) ile tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ve Tukey testleri kullanılarak analiz edildi. Anlamlılık düzeyi p<0,05 olarak alındı. **Bulgular:** En yüksek ortalama %DC, 1 yıllık son kullanma tarihi geçmiş RK grubu için kaydedilirken (H-6: 68,80 ± 4,544), bunu 2 yıllık son kullanma tarihi geçmiş RK grubu (H- 12: 68,268 ± 2,695) takip etmiştir. En düşük ortalama %DC 3 yıl üstü RK grubu için kaydedilmiştir (H-24: 68.032 ± 4.641). Üç grup arasında %DC değerleri açısından istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmadı (P=0,096). **Sonuç:** Bu çalışmanın sınırları dahilinde; son kullanma tarihleri üzerinden 1, 2 ve 3 yıl geçmiş

kompozitler benzer %DC sonuçları gösterdi. Klinisyenlerin, üreticiler tarafından önerilen son kullanım tarihi talimatlarını takip etmeleri gerekmektedir.

Anahtar Kelimeler: Dönüşüm Derecesi, FT-IR, LED, Kompozit Rezin, Son Kullanma Tarihi

ABSTRACT

Aim: The aim of this study is to evaluate the confidence interval in the use of resin composites (RC) with expiration dates of 1-year, 2-years and 3-years by comparing the conversion degrees. **Material and Methods:** 9 discs (8x2 mm) were prepared from three RC (n=3), (Herculite XRV-Ultra A2-dentine; 3-years expired, 1-year expired. Herculite Classic A2, 2-years expired, Kerr). RC were placed in silicone molds, covered with mylar strips on both sides and polymerized with a LED light-curing unit (Valo, Ultradent) under finger pressure for 20s. The polymerized samples were kept in distilled water for 24 hours at 37°C. Spectral analyses were performed on uncured and cured composites using sampling with Fourier Transform Infrared (FT-IR, JASCO) to determine the degree of conversion rates (DC%). The resulting FT-IR spectrum was recorded in the spectral range of 4000–400 cm⁻¹ at ambient temperature of 20 °C; the resolution used was 4 cm⁻¹ with four scans. Data were analyzed with SPSS (SPSS Inc.) using one-way Analysis of variance (ANOVA) and Tukey tests. Significance level was set at p<0.05. **Results:** The highest mean DC% was recorded for the RC group with 1-year expiration date (H-6: 68,80 ± 4,544), followed by the 2-years expired RC group (H- 12:

68,268 ± 2,695). The lowest mean DC% was recorded for the RC group with 3-years of expiration date (H-24: 68,032 ± 4,641). There was no statistically significant difference between the three groups in terms of DC% values (p=0.096).

Conclusion: Within the limitations of this study, composites with expiration dates of 1-, 2-, and 3-years showed similar DC% results. Clinicians are required to follow the expiration date guidelines recommended by the manufacturers.

Keywords: Composite resin, conversion degree, FT-IR, LED, expiration date.

GİRİŞ

Kompozit restoratif materyallerin raf ömrü, kullanım amacına ulaşması için gereken fiziksel ve mekanik özellikleri koruduğu üretim tarihinden itibaren geçen süredir (Donohue & Apostolou, 1990; Eliguzelöglu Dalkilic, Donmez, Kazak, Duc, & Aslantas, 2019; Nikolina, Anastasia, Konstantinos, & Panagiotis). Ancak bazen tüm önlemlere rağmen son kullanım tarihi geçmiş materyal klinisyen tarafından yanlışlıkla kullanılabilir (Talreja, Singla, & Shashikiran, 2017). Bazen de klinisyenler kompozitleri gereğinden fazla stoklar ve son kullanma tarihlerinden önce kullanamazlar (Gungor, Alkis, & Turkkahraman, 2016). Çoğu zaman teslimattaki gecikmeler nedeniyle, özel muayenehaneler veya eğitim kurumları uygun kanallar aracılığıyla tedarik eksikliği yaşayabilir ve sonuçlarının kapsamı hakkında herhangi bir bilgi sahibi olmadan süresi dolmuş materyalleri kullanmak zorunda kalabilirler (Talreja ve ark., 2017). Stabilite, bir ürünün üretim sırasında ve depolama sürecinde muhafaza ettiği aynı özelliklerin miktarı ile tanımlanır ve bir dereceye kadar raf ömrü ile eşanlamlıdır (Bajaj, Singla, & Sakhuja, 2012). Buna göre; stabilite kapsamında medikal ürünlerde kabul edilebilir seviyeler için bir dizi kriter önerilmiştir: kimyasal (bozunma, üretim), fiziksel (fiziksel özellikler, viskozite, elastikiyet, gerilme mukavemeti), mikrobiyolojik (sterilite, bütünlük), terapötik ve toksikolojik (biyouyumluluk). Bu kriterler özellikle farmasötik ürünlerin stabilitesini değerlendirmek için oluşturulmuş olsa da, dental ürünlerin stabilitesi için bir dizi kriter oluşturmaya başlamak için de faydalıdır (Clark, 1991). Bunun yanında FDA (Gıda ve İlaç İdaresi), birçok reçeteli ilacın son kullanma tarihinden sonra etkinliğini koruyabileceğini bildirmektedir

(Lyon, Taylor, Porter, Prasanna, & Hussain, 2006).

Rezin bazlı kompozitler, diş hekimliğinde çok çeşitli alanlarda kullanıldıkları için muhtemelen en yaygın materyallerdir (J. L. Ferracane, 2011) ve çoğu dental materyal gibi kompozitlerin de bir raf ömrü vardır (A.D.A, 2003). Bu ürünlerin raf ömrünün belirlenmesi karmaşıktır çünkü bu malzemeler, polimerik bileşimin fonksiyonel özellikleri üzerinde tek tek bozunma yoluyla çok sayıda potansiyel etkiye sahip olabilen birçok bileşene sahiptir (D'Alpino, Vismara, González, & de Oliveira Graeff, 2014). Daha da önemlisi, bileşenlerin bireysel ayrışması, malzeme özelliklerini etkileyen yeterli ve gözle görülür bir bozulma meydana gelene kadar diğer yapısal bileşenler tarafından gizlenebilmektedir (Drummond, 2008). Kompozit rezinlerin performansı, oksidatif zincir etkileri, oksidasyon hidrolizi, kristallikteki değişiklikler veya çevreye bağlı faktörler sonucunda bileşenlerin zaman içinde bozunma hızı (Drummond, 2008) ile polimer matriks ve silan bağlayıcı ajanlara bağlı daha yüksek bozulma riskiyle (Lyon ve ark., 2006) ilişkilidir. Tirapelli ve ark., son kullanma tarihi geçmiş kompozitlerin mikrosertlik değerlerinin tarihi geçmemiş olanlardan önemli ölçüde düşük olduğunu bulmuş ve bunu polimerizasyona dahil olan bileşenlerin, özellikle başlatıcıların zamanla bozulması nedeniyle polimer matriksin tam olarak polimerize olamaması ile açıklamıştır (Krishnan & Yamuna, 1998; Tirapelli, Panzeri, Panzeri, Pardini, & Zaniquelli, 2004). Polimerizasyon süresinin çok kısa olduğu fotopolimerizasyon sistemlerinde, inert bir başlatıcının tespit edilmesi zordur ve materyal daha az serbest radikal, daha az hareketliliğe sahip daha aktif gruplar içerebilir ve erken polimerizasyon daha fazla reaksiyona girmemiş monomerlerden kaynaklanabilir (de Lange, Bausch, & Davidson, 1983). Restoratif materyallerin ağız içinde kullanılabilirliğini test etmek için birçok test yöntemi materyalin fiziksel, kimyasal ve yapısal özelliklerini inceler. Dental resin kompozitlerin dönüşüm derecesi (DC%), malzemenin fiziksel/mechanik performansının ve biyouyumluluğunun belirlenmesinde çok önemlidir (Eliguzelöglu Dalkilic ve ark., 2019).

Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR), etilen çift karbon bağlarının tekli bağlara dönüştüğü dönüşüm derecesini değerlendirmek için kullanılan güncel deneysel tekniklerin en yaygın kullanılanıdır (Chen, Chen, Hsu, Sun, & Su, 2006). Polimerizasyon kalitesini, fiziksel ve

kimyasal reaksiyonları etkileyen polimerlerdeki monomerlerin dönüşümünü belirlemek için polimerizasyon işlemi sırasında tekli bağlara dönüşen etilen çift karbon bağlarının sayısındaki azalma belirlenerek DC% değeri hesaplanır (Aziz, 2019; Garcia, Roselino, Pires-de-Souza, & Consani, 2010). Geleneksel kompozitlerin dönüşüm derecesi; örnek geometrisine, organik ve inorganik bileşenlere, foto-başlatıcı tipine ve ışık yoğunluğuna bağlıdır (Mendes, Tedesco, & Miranda, 2005). DC ne kadar küçük olursa, polimerik ağdaki boş alan o kadar büyük olur ve ağ boyunca suyun emilmesine ve yayılmasına izin verir. (J. L. Ferracane, 2006).

Elastik modül, sertlik, mukavemet ve su emilimi; kompozitlerde monomerin polimere dönüşüm derecesi ile doğrudan ilişkilidir (Eliguzeloglu Dalkilic ve ark., 2019; J. L. Ferracane, 1985). Ayrıca polimerin mekanik, bozunma özelliklerinin ve biyouyumluluğunun belirlenmesinde dönüşüm derecesi çok önemlidir (Calheiros, Daronch, Rueggeberg, & Braga, 2008; J. L. Ferracane, 1985; Silva, Almeida, Poskus, & Guimarães, 2008). Monomerlerin dönüşüm derecesi, kompozitin kimyasal stabilitesini etkiler ve dönüştürülmemiş çift karbon bağının varlığı, malzemeyi bozunmaya karşı daha duyarlı hale getirebilir; renk stabilitesi azalır, formaldehit ve metakrilik asit açığa çıkarılabilir (J. L. Ferracane, 2006; Hansel, Leyhausen, Mai, & Geurtsen, 1998; IMAZATO ve ark., 1995; Nie ve ark., 1998; Øysæd, Ruyter, & Sjøvik Kleven, 1988; Yap, Lee, & Sabapathy, 2000). Doymamış metakrilat gruplarının oksidasyonu, alerjenik potansiyeli olan formaldehitin yanı sıra kompozitlerin renginin bozulmasına da neden olabilir (J. Ferracane, Moser, & Greener, 1985; Øysæd ve ark., 1988). Kompozit polimerize olduktan sonra bazı monomerler bir polimer ağı oluşturmak için diğer monomere bağlanamaz ve sonuç olarak rezin matrikste reaksiyona girmeden kalır. Artık monomerler, materyalin mekanik özelliklerini olumsuz etkiler (Daronch, Rueggeberg, & De Goes, 2005). Yetersiz monomer dönüşümü ile reaksiyona girmeyen artık monomerin özellikleri, rezin matriksinin plastikleştiricisi gibi hareket eder ve materyalin mekanik özelliklerini, özellikle sertliğini olumsuz etkiler (Daronch ve ark., 2005; J. L. Ferracane, 2006). Reaksiyona girmemiş monomer sertleşmiş dental kompozitlerden sızabilir ve yumuşak dokuları etkileyebilir (Tosun, Ozturk, Sener, & Gunduz, 2009). Zamanla belirli bir miktarda monomerin

sızması beklendiğinden, kullanım süresi dolmuş kompozitlerin sitotoksitesi de araştırılmıştır, Bal ve ark. kompozit rezinlerin son kullanma tarihinin hücre canlılığını büyük ölçüde etkilediğini göstermiştir (Bal, Nalan Sönmez, Barkin Bavbek, & Cihan Akçaboy, 2011). Restoratif materyalin biyouyumluluğu, ağırlıklı olarak, tamamlanmamış polimerizasyon ve/veya rezin bozunması nedeniyle salınan maddelerin sayısı ile belirlenir ve bu maddeler sitotoksik etkilere neden olur (Geurtsen, 2000; Moharamzadeh, Brook, & Van Noort, 2009; Shajii & Santerre, 1999).

Son kullanma tarihi geçmiş dental materyallerin kullanılması kesinlikle önerilmemekle birlikte kompozit rezinlerin maliyetli olması nedeniyle bazı diş hekimleri tarafından bu materyaller kullanılabilir. Hekimler, bu materyalleri atmalı mı yoksa kısa bir süre boyunca kullanmaya devam edebilirler mi? Bu düşünce ile; diş hekimliğinde kullanılan restoratif materyallerin dönüşüm derecesinin değerlendirilmesi gerekli görülmüştür. Bu *in-vitro* çalışmanın amacı; son kullanma tarihi üzerinden 1 yıl, 2 yıl ve 3 yıl geçmiş olan kompozit rezinlerin dönüşüm derecelerini karşılaştırarak bu ürünlerin restoratif materyal olarak kullanımındaki güven aralığını değerlendirmektir.

METOD

Örnek hazırlanması

Üç farklı rezin kompozitten (RK) 9 adet disk (8 x2 mm) hazırlandı (Herculite XRV Ultra A2 dentin, son kullanma tarihi Ekim 2018; Herculite XRV Ultra A2 dentin, son kullanma tarihi Ocak 2020; Herculite Classic A2, son kullanma tarihi Ekim 2019) (Tablo 1 ve 2).

Tablo 1: Çalışmada kullanılan materyaller ve içerikleri.

Materyal	Tür	İçerik
Herculite XRV Ultra Kerr Corporation; Orange, CA, USA	Nanohibrit kompozit	Bis-GMA, TEGDMA, Submikron hibrit doldurucu (0.4 mikron) ve nanopartikül doldurucu (50 nm), pre-polimerize doldurucu (25 mikron) submikron hibrit ve nanopartikül doldurucular
Herculite Classic Kerr Corporation; Orange, CA, USA	Mikrohibrit kompozit	Bis-GMA, TEGDMA, kamforokinon, amin, demir oksit pigmentler, alüminyum borosilikat cam, koloidal silika (SiO ₂)

Tablo 2. Örnek grupları ve açıklamaları.

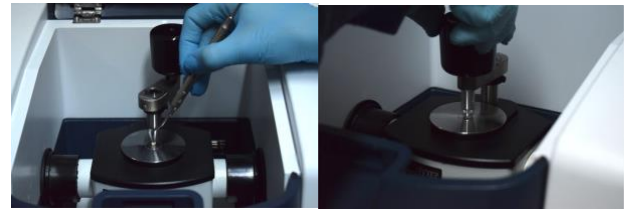
Grup	Açıklama
1 yıl	Son kullanma tarihi üzerinden 12 ay geçmiş rezin kompozit grubu Herculite XRV Ultra A2 dentin, son kullanma tarihi Ocak 2020
2 yıl	Son kullanma tarihi üzerinden 24 ay geçmiş rezin kompozit grubu Herculite Classic A2, son kullanma tarihi Ekim 2019
3 yıl	Son kullanma tarihi üzerinden 36 ay geçmiş rezin kompozit grubu Herculite XRV Ultra A2 dentin, son kullanma tarihi Ekim 2018

Çalışmada kullanılan RK'ler silikon kalıplara konarak her iki yüzü şeffaf bantlarla kapatıldı ve LED ışık cihazı (Valo, Ultradent) kullanılarak 20 saniye parmak basıncı altında 1000 mW/cm² ile polimerize edildi (Resim 1). Polimerize edilen numuneler 37°C'de 24 saat distile suda bekletildi.

**Resim 1.** Şeffaf bant kullanılarak silikon kalıpta örnek hazırlanması ve polimerize edilmesi.

FT-IR Analizi

Dönüşüm değerlerinin derecesini (%DC) belirlemek için Fourier Dönüşümü Kızılötesi spektroskopisi (JASCO) ile örnekleme kullanılarak polimerize olmamış ve olmuş kompozitler üzerinde spektral analizler yapıldı. Analizden önce kristal alan temizlendi ve arka plan okuması düzenlendi. Polimerize olmamış örnekler, evrensel bir elmas ATR üst plakası üzerindeki küçük kristal alana doğrudan yerleştirildi. Daha sonra numuneye kuvvet uygulanarak elmas yüzeyine itildi (Resim 2). Ortaya çıkan FT-IR spektrumu, 20°C ortam sıcaklığında 4000–400 cm⁻¹ spektral aralığında kaydedildi; kullanılan çözünürlük dört tarama ile 4 cm⁻¹ idi. Polimerize edilen ve distile suda bekletilen örnekler, mermer havanda öğütüldü ve aynı prosedür izlenerek analiz edildi. Absorbans tepe noktalarının kaydı, 400 ila 4000 cm⁻¹ dalga boyunda, çözünürlük 4 tarama ile 4 cm⁻¹ koşulları altında elde edildi. Karbon-karbon çift bağının dönüşüm derecesi yüzdesi (C=C %), alifatik C=C (1637 cm⁻¹) ve aromatik C=C (1608 cm⁻¹) absorbans yoğunluklarının buna karşılık gelen pik yükseklik oranında meydana gelen değişimler gözlenerek hesaplandı.

**Resim 2.** Polimerize olmamış örneğin yerleştirilmesi ve kristalin yaklaştırılması.

Ardından, aşağıdaki formül kullanılarak her örnek için DC% hesaplandı:

$$DC\% = \left[1 - \frac{\left(\frac{1634cm^{-1}}{1608cm^{-1}veya1592cm^{-1}} \right) polimerize\ olmu\ş}{\left(\frac{1634cm^{-1}}{1608cm^{-1}veya1592cm^{-1}} \right) polimerize\ olmamı\ş} \right] \times 100$$

İstatistiksel Analiz

Veriler SPSS (SPSS Inc., ABD) ile tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ve Tukey testleri kullanılarak analiz edildi. Veriler ortalama ve standart sapma olarak sunuldu. P değerinin 0,05'ten küçük olması istatistiksel olarak anlamlı kabul edildi.

BULGULAR

Yukarıda sunulan formül kullanılarak FT-IR yönteminden her analizde elde edilen veriler

yüzdeye dönüştürüldü. En yüksek ortalama DC% 1 yıllık kullanım süresi dolmuş RK grubunda kaydedilirken bunu kullanım süresi 2 yıl geçen RK grubu izledi. En düşük ortalama DC% ise kullanım süresi 3 yıl dolmuş olan RK grubu için kaydedildi (Tablo 3). Üç grup arasında DC% açısından istatistiksel olarak anlamlı bir fark saptanmadı.

Tablo 3. Tarihi geçmiş kompozitlerin dönüşüm derecelerinin karşılaştırması.

Grup	%DC (SD)	p
3 yıl	68,032 ± 4,641	p > 0,05
2 yıl	68,268 ± 2,695	
1 yıl	68,80 ± 4,544	

SD: standart sapma

TARTIŞMA

2019 yılında yapılan bir çalışmalarında Aziz ve ark., süresi dolmuş rezin kompozitin 1 yıllık aralıkta tarihi geçmemiş kompozitlerle benzer olduğunu; dönüşüm derecesi ve mikrosertlik açısından kabul edilebilir mekanik özellikler sergilediğini bildirmiştir (Aziz, 2019).

Garcia ve ark. son kullanma tarihinin rezin kompozitin dönüşüm derecesini, yüzey pürüzlülüğünü ve mikrosertliğini etkilediğini göstermiştir. Son kullanma tarihi geçtikten sonra kompozit rezin kullanımının materyalin performansını etkileyebileceği ve dolayısıyla dental tedavileri tehlikeye atabileceğini sonucuna varmışlardır (Garcia ve ark., 2010). Ferracane ve ark., polimerik zincirdeki çok sayıda kalıntının monomerin bozunmaya duyarlılığını artırabileceğini ve daha yüksek dönüşüm derecesi değerlerinin gerekli olduğunu belirtmiştir (J. L. Ferracane, 2006). Sabbagh ve ark., birkaç son kullanma tarihi geçmiş rezin kompozit materyalin eğilme mukavemetinde ve mikrosertliğinde bir azalma tespit ettiklerini öne sürmüşlerdir. Resin kompozitlerin buzdolabında saklanması, bozulmadan korunmalarına yardımcı olduğu, resin kompozitlerin son kullanma tarihinin üreticiler tarafından belirlendiği, ancak gecikme, nakliye ve saklama koşulları gibi kontrolleri dışında başka önemli faktörlerin de olduğunun unutulmaması gerektiğini belirtmişlerdir (Sabbagh, Nabbout, Jabbour, & Leloup, 2018). 2018 yılında Dalkılıç ve ark. tarafından son kullanma tarihinin (6 ay sonra) bulk-fill ve geleneksel kompozitlerin mikrosertliği ve su emilimini etkilemediği ileri sürülmüştür. Raf

ömürü dolmuş bulk-fill ve geleneksel kompozit materyaller üst yüzeylerinde benzer mikrosertlik ve su emilimi sonuçları göstermişlerdir (Eliguzeloglu Dalkilic ve ark., 2019). Genel olarak kompozit rezinler için belirlenen raf ömrü yaklaşık 3-5 yıldır ancak Hondrum ve Fernandez, ışıqla polimerize olan kompozitlerin depolama koşullarından bağımsız olarak yedi yıla kadar fiziksel özelliklerini koruduğunu göstermiştir (Hondrum & Fernandez Jr, 1997). Bal ve ark., son kullanma tarihi geçmiş ve son kullanma tarihi geçmemiş rezin bazlı kompozitlerin sitotoksik etkilerini karşılaştırmışlar ve son kullanma tarihi geçmiş ve geçmemiş gruplar arasında hücrelerin hayatta kalma oranlarında istatistiksel olarak anlamlı fark tespit etmişlerdir. Son kullanma tarihlerinin kompozitlerin sitotoksitesisi üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu sonucuna varılmıştır (Bal ve ark., 2011).

Tarihi geçmiş kompozitlerin kullanımının güvenilirliğinin belirlenebilmesi adına gelecekte yapılacak olan çalışmalarda yaptığımız çalışmadan farklı olarak; kompozit çeşitliliği artırılabilir. Dönüşüm derecesine ek olarak gerilim, bükülme dayanım, sertlik, yüzey pürüzlülük, su absorpsiyon, mikrosızıntı, renklenme ve biyouyumluluk testleri ile birlikte bu materyallerin kullanımında karşılaşılabilecek sorunlar daha net bir şekilde gözlemlenebilir.

ETİK

Çalışmamız, etik kurulu onayı gerektirmemektedir. Materyaller Kerr (Orange, CA, ABD) firması tarafından bağışlanmıştır.

SONUÇ

Bu çalışmanın sınırlamaları dahilinde; Son kullanma tarihi üzerinden 1, 2 ve 3 yıl geçmiş kompozit rezinler benzer DC% sonuçları göstermiştir. Klinisyenlerin, üretici firmalar tarafından tavsiye edilen son kullanma tarihlerini takip etmeleri gereklidir.

KAYNAKLAR

A.D.A. (2003). Dental Product Standards Development Vocabulary, Standard No.33. *National Standards Institute/ American Dental Association, Chicago.*

Aziz, Adel A. (2019). EVALUATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF EXPIRED

- AND NON-EXPIRED RESIN COMPOSITE. A COMPARATIVE STUDY. *Egyptian Dental Journal*, 65(1-January (Fixed Prosthodontics, Dental Materials, Conservative Dentistry & Endodontics)), 619-628.
- Bajaj, Sanjay, Singla, Dinesh, & Sakhuja, Neha. (2012). Stability testing of pharmaceutical products. *Journal of applied pharmaceutical science*, 2(3), 129-138.
- Bal, Bilge Turhan, Nalan Sönmez, DDS, Barkin Bavbek, DDS, & Cihan Akçaboy, DDS. (2011). Cytotoxicity of Composite Resins Before and After Expiration Date: Preliminary Report. *New York State Dental Journal*, 77(3), 31.
- Calheiros, Fernanda C, Daronch, Márcia, Rueggeberg, Frederick A, & Braga, Roberto R. (2008). Degree of conversion and mechanical properties of a BisGMA: TEGDMA composite as a function of the applied radiant exposure. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, 84(2), 503-509.
- Chen, Min-Huey, Chen, Ci-Rong, Hsu, Seng-Haw, Sun, Shih-Po, & Su, Wei-Fang. (2006). Low shrinkage light curable nanocomposite for dental restorative material. *Dental Materials*, 22(2), 138-145.
- Clark, G. (1991). Shelf life of medical devices, guidance document. *Division of Small Manufacturers Assistance, C*.
- D'Alpino, Paulo Henrique Perlatti, Vismara, Marcos Vinícius Gonçalves, González, Alejandra Hortencia Miranda, & de Oliveira Graeff, Carlos Frederico. (2014). Free radical entrapment and crystallinity of resin composites after accelerated aging as a function of the expiration date. *journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 36, 82-89.
- Daronch, M, Rueggeberg, FA, & De Goes, MF. (2005). Monomer conversion of pre-heated composite. *Journal of dental research*, 84(7), 663-667.
- de Lange, Cees, Bausch, J Robert, & Davidson, Carel L. (1983). The influence of shelf life and storage conditions on some properties of composite resins. *The Journal of prosthetic dentistry*, 49(3), 349-355.
- Donohue, J, & Apostolou, S. (1990). Shelf-life prediction for radiation-sterilized plastic devices. *Med Dev Diag Indu*, 12(1), 124-129.
- Drummond, James L. (2008). Degradation, fatigue, and failure of resin dental composite materials. *Journal of dental research*, 87(8), 710-719.
- Eliguzeloglu Dalkilic, Evrim, Donmez, Nazmiye, Kazak, Magrur, Duc, Bugra, & Aslantas, Akif. (2019). Microhardness and water solubility of expired and non-expired shelf-life composites. *The International journal of artificial organs*, 42(1), 25-30.
- Ferracane, Jack L. (1985). Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dental Materials*, 1(1), 11-14.
- Ferracane, Jack L. (2006). Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dental Materials*, 22(3), 211-222.
- Ferracane, Jack L. (2011). Resin composite—state of the art. *Dental Materials*, 27(1), 29-38.
- Ferracane, JL, Moser, JB, & Greener, EH. (1985). Ultraviolet light-induced yellowing of dental restorative resins. *The Journal of prosthetic dentistry*, 54(4), 483-487.
- Garcia, Lucas da Fonseca Roberti, Roselino, L de M, Pires-de-Souza, F de C, & Consani, Simonides. (2010). Evaluation of the conversion degree, microhardness, and surface roughness of composite resins used after their expiration date. *Gen Dent*, 58(6), e262-267.
- Geurtsen, W. (2000). Biocompatibility of resin-modified filling materials. *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine*, 11(3), 333-355.
- Gungor, Ahmet Yalcin, Alkis, Huseyin, & Turkkahraman, Hakan. (2016). Can brackets be bonded with a composite resin after expiration

date? *The International journal of artificial organs*, 39(2), 84-86.

Hansel, C, Leyhausen, G, Mai, UEH, & Geurtsen, W. (1998). Effects of various resin composite (co) monomers and extracts on two caries-associated micro-organisms in vitro. *Journal of dental research*, 77(1), 60-67.

Hondrum, SO, & Fernandez Jr, R. (1997). The storage stability of dental composite resins: seven-year results. *General dentistry*, 45(4), 382-389.

IMAZATO, Satoshi, TARUMI, Hisashi, KOBAYASHI, Kyoko, HIRAGURI, Hideki, ODA, Kozo, & TSUCHITANI, Yasuhiko. (1995). Relationship between the degree of conversion and internal discoloration of light-activated composite. *Dental materials journal*, 14(1), 23-30,101.

Krishnan, V Kalliyana, & Yamuna, V. (1998). Effect of initiator concentration, exposure time and particle size of the filler upon the mechanical properties of a light-curing radiopaque dental composite. *Journal of oral rehabilitation*, 25(10), 747-751.

Lyon, Robbe C, Taylor, Jeb S, Porter, Donna A, Prasanna, Hullahalli R, & Hussain, Ajaz S. (2006). Stability profiles of drug products extended beyond labeled expiration dates. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 95(7), 1549-1560.

Mendes, Luis C, Tedesco, Andrea D, & Miranda, Mauro S. (2005). Determination of degree of conversion as function of depth of a photo-initiated dental restoration composite. *Polymer Testing*, 24(4), 418-422.

Moharamzadeh, Keyvan, Brook, Ian M, & Van Noort, Richard. (2009). Biocompatibility of resin-based dental materials. *Materials*, 2(2), 514-548.

Nie, J, Lindén, LÅ, Rabek, JF, Fouassier, JP, Morlet-Savary, F, Scigalski, F, . . . Andrzejewska, E. (1998). A reappraisal of the photopolymerization kinetics of triethyleneglycol dimethacrylate initiated by camphorquinone-N, N-dimethyl-p-toluidine for dental purposes. *Acta polymerica*, 49(4), 145-161.

Nikolina, Spyropoulou, Anastasia, Plevritaki, Konstantinos, Masouras, & Panagiotis, Lagouvardos. Color Stability of Expired Restorative Dental Composite Resins.

Øysæd, H, Ruyter, IE, & Sjøvik Kleven, IJ. (1988). Release of formaldehyde from dental composites. *Journal of dental research*, 67(10), 1289-1294.

Sabbagh, Joseph, Nabbout, Fidele, Jabbour, Edgard, & Leloup, Gaetane. (2018). The effect of expiration date on mechanical properties of resin composites. *Journal of International Society of Preventive & Community Dentistry*, 8(2), 99.

Shajii, Leylanaz, & Santerre, J Paul. (1999). Effect of filler content on the profile of released biodegradation products in micro-filled bis-GMA/TEGDMA dental composite resins. *Biomaterials*, 20(20), 1897-1908.

Silva, Eduardo Moreira da, Almeida, Giselle Soares, Poskus, Laiza Tatiana, & Guimarães, José Guilherme Antunes. (2008). Relationship between the degree of conversion, solubility and salivary sorption of a hybrid and a nanofilled resin composite. *Journal of Applied Oral Science*, 16(2), 161-166.

Talreja, Nidhi, Singla, Shilpy, & Shashikiran, ND. (2017). Comparative Evaluation of Bond Strength and Microleakage of Standard and Expired Composite at Resin-Dentin Interface: An in vitro Study. *International journal of clinical pediatric dentistry*, 10(1), 1.

Tirapelli, Camila, Panzeri, Fernanda de Carvalho, Panzeri, Heitor, Pardini, Luiz Carlos, & Zaniquelli, Osvaldo. (2004). Radiopacity and microhardness changes and effect of X-ray operating voltage in resin-based materials before and after the expiration date. *Materials Research*, 7(3), 409-412.

Tosun, Gul, Ozturk, Nilgun, Sener, Yagmur, & Gunduz, Beniz. (2009). Effect of light curing units and storage time on the degree of conversion of fissure sealants. *Archives of Oral Research*, 5(2).

Yap, AUJ, Lee, HK, & Sabapathy, R. (2000). Release of methacrylic acid from dental composites. *Dental Materials*, 16(3), 172-179.