

Özgün araştırma makalesi

Farklı polimerizasyon sürelerinin adeziv sistemlerden salınan artık monomer miktarına etkisi

Mustafa Altunsoy,^{1*} Murat Selim Botsalı,²
Gonca Tosun,³ Ahmet Yaşar⁴

¹Konya Ağız ve Diş Sağlığı Merkezi, ²Pedodonti Anabilim Dalı, Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Konya, ³Kimya Bölümü Organik Kimya Anabilim Dalı, Fen-Edebiyat Fakültesi, ⁴Analitik Kimya Anabilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, Türkiye

ÖZET

AMAÇ: Bu çalışmanın amacı, dört farklı polimerizasyon süresinde polimerize edilen üç farklı adeziv sistemin yapısından salınan artık monomer miktarını tespit etmektir.

GEREÇ VE YÖNTEM: Adeziv sistemler, üretici firmaların talimatlarına uygun olarak kalınlığı 0.9 mm, bir kenar uzunluğu 7 mm olan dentin kesitleri üzerine uygulandı. Uygulama sonrası adeziv materyaller 10 sn., 20 sn., 40 sn. ve 60 sn. olmak üzere dört farklı sürede LED ışık cihazı kullanılarak polimerize edildi. Üzerlerine adeziv materyal uygulanarak polimerize edilen dentin kesitleri içlerinde %75'lik etanol/su çözeltisi bulunan amber rengi cam şişelere alındı. Bu çözeltilerden 10. dk., 1. sa., 1. gün, 7. gün ve 30. gün olarak belirlenen zaman periyotlarında mikropipet kullanılarak örnekler alındı. Adezivlerden salınan artık monomer (Bis-GMA, UDMA) miktarları HPLC cihazı kullanılarak analiz edildi. Grupların genel ve ikili karşılaştırmalarında tek yönlü varyans analizi ve Tukey HSD testi kullanıldı.

BULGULAR: Çalışmada incelenen materyallerden tüm zaman periyotlarında artık monomer salımının gerçekleştiği gözlemlendi. Polimerizasyon süresinin arttırılmasıyla Clearfil S3 Bond (Bis-GMA) ve Clearfil Photo Bond (UDMA) adeziv materyallerden salınan toplam monomer miktarlarının azaldığı, polimerizasyon süresini arttırmanın diğer materyallerden salınan toplam monomer miktarını etkilemediği gözlemlendi.

SONUÇ: Üretici firmalar tarafından tavsiye edilen polimerizasyon süresinin arttırılmasıyla bazı adezivlerden salınan monomer miktarı azalabilmektedir.

ANAHTAR KELİMELEER: Adezivler; HPLC; monomer; polimerizasyon

KAYNAK GÖSTERMEK İÇİN: Altunsoy M, Botsalı MS, Tosun G, Yaşar A. Farklı polimerizasyon sürelerinin adeziv sistemlerden salınan artık monomer miktarına etkisi. *Acta Odontol Turc* 2013;30(1):6-12.

[Abstract in English is at the end of the manuscript]

GİRİŞ

Restoratif işlemlerde ara bağlayıcı olarak kullanılan adeziv sistemler klinik başarıyı direkt olarak etkilemektedir. Klinik olarak iyi bir bağlantı ve sızdırmazlık sağlayan adeziv sistemlerin pulpa dokusuna ve biyolojik yapılar zararlı etkilerinin olmaması gerekmektedir. Bu etki adezivin uygulandığı mine ve dentinin yapısı ve içeriğine, smear tabakasına, pulpa basıncına, polimerizasyonda kullanılan ışık cihazının tipine, ortamda bulunan neme ve polimerizasyon süresine göre değişebilmektedir.¹

Adeziv sistemlerin içeriğinde rezin monomerler, reaksiyon başlatıcılar, inhibitörler, doldurucu partiküller ve spesifik maddeler bulunur. Adeziv sistemlerin içerisinde bulunan rezin monomerler, polimerize edildikten sonra oluşan ve bir iskelet gibi destek görevi yapan, polimer içeren matriks yapısıyla kompozit ve diğer rezin sistemlere benzerlik göstermektedir. Bu nedenle monomerler adeziv sistemlerin içeriğinde bulunan en önemli elementlerden biridir.² Resin esaslı materyallerin diş hekimliğinde yaygın bir biçimde kullanılmaya başlanması ile birlikte bu materyallerin biyolojik olarak güvenilirliklerinin daha fazla sorgulanması gündeme gelmiştir. Resin esaslı materyaller Bis-GMA, TEGDMA, HEMA ve UDMA gibi monomerleri içermektedir.³

Tam olarak gerçekleşen bir polimerizasyon işleminde monomerlerin tüm karbon çift bağları reaksiyona girerek polimer zincirinde yer alması beklenir fakat hiçbir polimerizasyon reaksiyonu yüzde yüz verimlilikle gerçekleşmemektedir. Polimerizasyon sırasında moleküllerin polimer zincire katılmasıyla viskozite artmakta ve

Makale gönderiliş tarihi: 11 Ekim 2012; Yayına kabul tarihi: 29 Kasım 2012
*İletişim: Mustafa Altunsoy, Konya Ağız ve Diş Sağlığı Merkezi, Konya, Türkiye;
e-posta: dtaltunsoy@gmail.com

monomer-polimer dönüşümü yavaşlamaktadır. Ayrıca oksijen varlığında serbest radikaller oksijenle reaksiyona girmeye daha eğilimli olduğundan, bu radikaller oksijenle reaksiyona girerek reaktif olmayan peroksi radikalleri oluştururlar ve oksijenle temas eden yüzeylerde polimerizasyon tam olarak gerçekleşmez. Bu olaya 'polimerizasyonun oksijen tarafından inhibisyonu', yüzeyde oluşan tabakaya da 'oksijen inhibisyon tabakası' adı verilmektedir.⁴ Ayrıca dentin tübüllerinden dışarıya doğru olan sıvı akışı ve adeziv içerisindeki çözücüler polimerizasyonu olumsuz şekilde etkileyebilmektedir.^{5,6}

Adeziv sistemlerin polimerize olabilmesi için belli miktarda kuantum enerjisi (fotonlar) gerekmektedir. Bu enerji adeziv içerisindeki kamforokinon ve reaksiyon başlatıcıları uyarır ve amin gruplarla reaksiyonu başlatarak serbest radikaller oluşturulur. Polimerizasyon süresinin artırılması ile elde edilen yüksek enerji yoğunluğu reaksiyonu başlatarak yüksek molekül ağırlıklı ve çapraz bağlı polimer oluşumunu sağlayabilir.⁷ Bazı çalışmalarda polimerizasyon süresinin artırmanın adezivlerden salınan monomer miktarını etkilediği görülmüştür.^{3,8,9}

Polimerizasyon sonrası salınan bileşenlerin, özellikle de artık monomerlerin, restorasyonun mekanik özelliklerini etkilediği gibi biyouyumluluklarını da bozabildiği ifade edilmektedir. Yapılan araştırmalarda rezin esaslı restoratif maddelerin reaksiyona girmemiş kısımlarından salınan bu bileşenlerin alerjik, sitotoksik, genotoksik ve karsinojenik etkiler gösterebileceği belirtilmiştir. Bu yüzden, materyalden ağız ortamına salınabilecek maddelerin tanımlanması ve miktarlarının bilinmesi oldukça önemlidir.¹⁰⁻¹³

Rezin esaslı dental materyallerden salınan artık monomerler çeşitli yöntemlerle test edilip, miktarları belirlenmektedir. Bu işlem için sıklıkla kromatografik yöntemler kullanılmaktadır.¹⁴ Rezin esaslı materyallerden salınan bileşenlerin ayırt edilebilmesi için en sık kullanılan kromatografik yöntemler ise Yüksek Basıncılı Sıvı Kromatografisi (HPLC) ve Gaz Kromatografisi/Küt-

le Spektrometrisi (GC/MS)'dir. Ayırıştırma sürecinde monomerler mobil faz içerisinde çözünebildiğinden kontrolün daha kolay sağlanması, tekrarlanabilir, sonuçlarının güvenilir, hızlı, ekonomik ve seçici olmasından dolayı HPLC en çok tercih edilen ölçüm yöntemidir.^{3,15}

Bu çalışmada farklı polimerizasyon sürelerinin adeziv sistemlerin yapılarından salınan artık monomer miktarına etkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

GEREÇ VE YÖNTEM

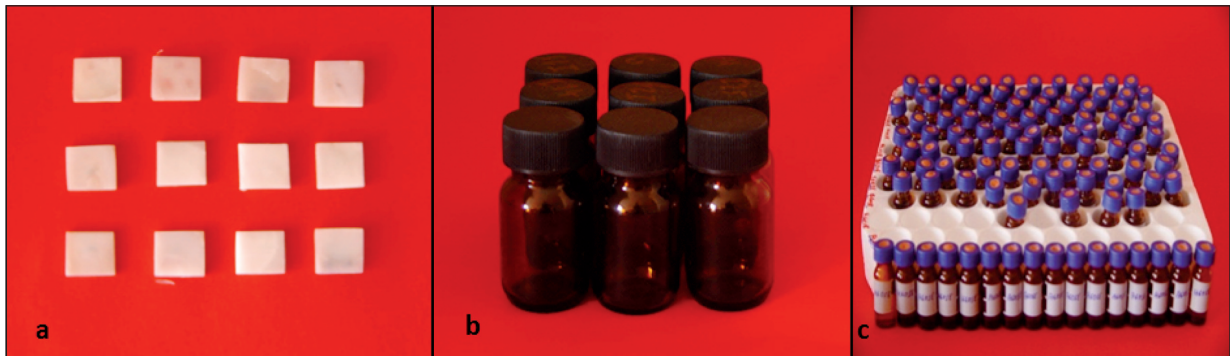
Dentin kesitlerinin hazırlanması

Dentin kesitlerinin hazırlanmasında yeni çekilmiş 2-4 yaşındaki sığır keser dişleri kullanıldı. Dişler üzerindeki doku artıkları ve eklemler uzaklaştırıldıktan sonra dişlerin kuronları köklerinden ayrılarak çalışmada kullanılacakları zamana kadar distile su içerisinde bekletildi. Bu aşamadan sonra Isomet kesit cihazıyla (Buehler, Lake Bluff, IL, ABD) su soğutması altında kalınlığı 0.9 mm, bir kenar uzunluğu 7 mm olan dentin kesitleri elde edildi (Resim 1a). Dentin kesitleri üzerine adeziv materyal uygulanıncaya kadar distile su içerisinde bekletildi.

Adeziv materyallerin dentin kesitleri üzerine uygulanması ve polimerizasyonu

Bu çalışmada dentin kesitleri üzerine Clearfil S³ Bond (tek aşamalı kendinden pürüzlendirmeli), Clearfil DC Bond (2 aşamalı kendinden pürüzlendirmeli) ve Clearfil Photo Bond (2 aşamalı asitle pürüzlendirmeli) adeziv sistemleri uygulandı (Tablo 1).

Elde edilen dentin kesitleri steril edildikten sonra adeziv sistemler, üretici firmaların talimatlarına uygun olarak hassas terazi kullanılarak dentin kesitleri üzerine eşit miktarlarda (0.0025 mL) uygulandı. Uygulama sonrası adeziv materyaller 10 sn., 20 sn., 40 sn. ve 60 sn. olmak üzere dört farklı sürede 1200 mW/cm² güçteki LED ışık cihazı (Elipar S10, 3M ESPE, St. Paul, MN, ABD) ile cihazın ucundaki plastik halka referans alınarak dentin kesiti plastik halkanın içerisinde kalacak şekilde yaklaşık 1 mm mesafeden polimerize edildi. LED ışık cihazının ışık



Resim 1. a. Adeziv materyallerin uygulandığı dentin kesitleri, b. Stok çözeltilerin bulunduğu şişeler, c. Örneklerin bulunduğu amber renkli cam viyaller

Tablo 1. Çalışmada kullanılan adeziv materyaller

Ticari adı	İçeriği	Lot no
Clearfil S ³ Bond, Kuraray, Osaka, Japonya	Bis-GMA %15-35, HEMA %15-35, Etanol > %20, MDP, kolloidal silika, di-CQ, su, reaksiyon başlatıcılar ve hızlandırıcılar	00088A
Clearfil DC Bond Kuraray, Okayama, Japonya	Likit A: HEMA %30-50, Bis-GMA%30-50, MDP Dibenzoilperoksit, kolloidal silika, kamforokinon, başlatıcı Likit B: Etanol, su, katalist, hızlandırıcı	041146
Clearfil Photo Bond Kuraray, Okayama, Japonya	Üniversal: Etanol, başlatıcı Katalist: Bis-GMA %20-40, HEMA %5-25, MDP, hidrofobik dimetakrilat, benzoilperoksit, kamforokinon	041242

gücü, polimerizasyon işlemi öncesinde radyometreyle (Kerr, Danbury, CT, ABD) ölçülerek polimerizasyonun standardizasyonu sağlandı.

Örneklerin hazırlanması

Üzerlerine adeziv materyal uygulanarak polimerize edilen dentin kesitleri içlerinde %75'lik etanol/su çözeltisi bulunan amber rengi cam şişelere alındı (Resim 1b). Şişeler ölçüm zamanına kadar 37 °C'lik etüvde bekletildi. Bu çözeltilerden 10. dk., 1. sa., 1. gün, 7. gün ve 30. gün olarak belirlenen zaman periyotlarında mikropipet kullanılarak hacimleri 1 mL olan örnekler alındı. Bu örnekler, ışık geçirmeyen cam viyallere (Waters EDGE, ABD) aktarıldı (Resim 1c).

Sonuç olarak 3 farklı adeziv materyalin 4 farklı sürede polimerize edilmesi ile oluşan 12 gruptan, her grupta beş örnek olacak şekilde (n=5) hazırlanan stok çözeltilerden 5 farklı zaman diliminde örneklerin alınmasıyla toplam 300 örnek hazırlanmış oldu.

HPLC cihazının ölçüme hazırlanması

Hazırlanan örneklerin HPLC analizleri Agilent 1100 HPLC sistemi ile yapıldı (Agilent Technologies, Santa Clara, CA, ABD). Cihazın kromatografik şartlarının oluşturulması ve kalibrasyonunun yapılabilmesi için cihaz deney şartlarına uygun şekilde hazırlandı. Bu amaçla; monomerlere ait stok çözeltiler seyreltilerek HPLC cihazına tanıtıldı. Bu işlem sayesinde saf monomerlerin alıkonma süreleri ve pik değerleri belirlenmiş oldu. Bu aşamalarda mobil faz olarak asetonitril/su karışımı kullanıldı.

Örneklerin analizi

Örnekler HPLC cihazında oda sıcaklığında ve mobil fazın akış hızı 1mL/dk olacak şekilde analiz edildi. Mobil faz olarak %80'lik asetonitril/su çözeltisi kullanıldı. Her bir örnekten kolona enjekte edilen sıvı hacmi 20 µL olarak belirlendi. Monomerlerin maksimum emilim gösterdikleri 208 nm dalga boyunda kromatogramlar elde edildi. Daha önceden hazırlanan standart çözeltilerin HPLC ci-

hazı analizlerinden elde edilen değerleri referans alınarak her bir monomerin kalibrasyon eğrileri hazırlandı.

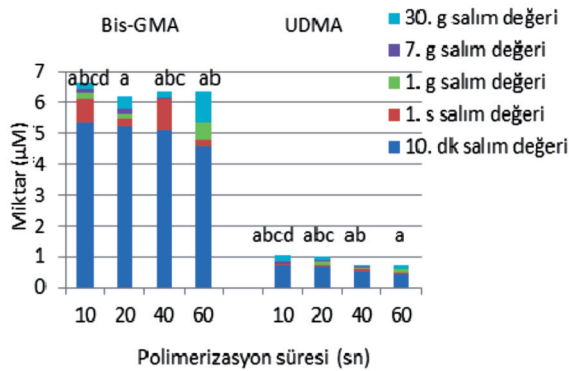
Standart çözeltilerdeki konsantrasyonların doğrusal regresyon analizi ile monomerlerin korelasyon katsayıları ve kalibrasyon denklemleri elde edildi. Kalibrasyon denklemleri hazırlandıktan sonra kromatogramlarda elde edilen alanlara karşılık gelen konsantrasyonlar mikromolar (µM) olarak hesaplanarak istatistiksel değerlendirme için veriler elde edilmiş oldu.

İstatistiksel değerlendirme

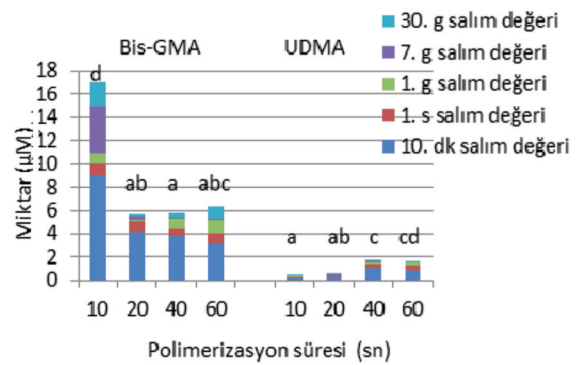
Her bir adeziv materyalin dört farklı polimerizasyon süresi sonrasında yapısından salınan artık monomer miktarlarına ait veriler tek yönlü varyans analizi ve Tukey HSD testi ile değerlendirildi. Adezivlerden salınan toplam monomer miktarlarına ait veriler tek yönlü varyans analizi ve Tukey HSD testi ile değerlendirildi.

BULGULAR

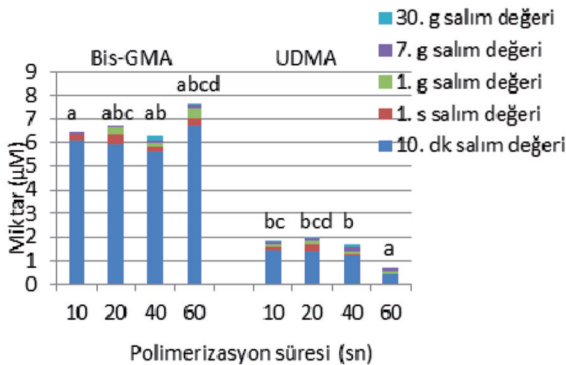
Adeziv sistemlerin tümünden ilk 10 dakikada yüksek miktarda artık monomer salımının gerçekleştiği ve bu salımın 30. günde de devam ettiği gözlemlendi. Clearfil DC Bond materyalinden salınan Bis-GMA ve UDMA miktarlarının kendi içlerinde 4 farklı polimerizasyon süresine ait monomer salım değerleri arasında istatistiksel bir fark gözlenmedi ($p>0.05$; Şekil 1). Clearfil S³ Bond materyalinden salınan Bis-GMA ve UDMA miktarlarının kendi içlerinde farklı polimerizasyon sürelerine ait monomer salım değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlemlendi ($p<0.05$; Şekil 2). Clearfil Photo Bond adezivinden salınan Bis-GMA miktarlarının 4 farklı polimerizasyon süresine ait verileri arasında istatistiksel olarak bir fark gözlenmezken ($p>0.05$), UDMA salım miktarlarının farklı polimerizasyon sürelerine ait verileri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu gözlemlendi ($p<0.05$; Şekil 3). Her bir adeziv materyalden salınan toplam Bis-GMA miktarları arasında istatistiksel bir fark gözlenmezken ($p>0.05$; Şekil 4), toplam UDMA miktarları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlemlendi ($p<0.05$; Şekil 5).



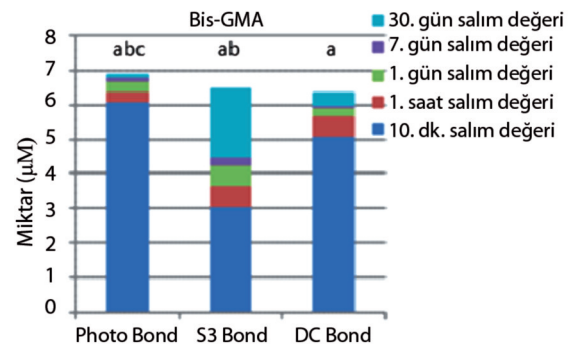
Şekil 1. Clearfil DC Bond adezivinin farklı polimerizasyon sürelerine ait Bis-GMA ve UDMA salım miktarları (n=5). Aynı harfi taşıyan gruplar arasında istatistiksel olarak fark yoktur



Şekil 2. Clearfil S³ Bond adezivinin farklı polimerizasyon sürelerine ait Bis-GMA ve UDMA salım miktarları (n=5). Aynı harfi taşıyan gruplar arasında istatistiksel olarak fark yoktur



Şekil 3. Clearfil Photo Bond adezivinin farklı polimerizasyon sürelerine ait Bis-GMA ve UDMA salım miktarları (n=5). Aynı harfi taşıyan gruplar arasında istatistiksel olarak fark yoktur

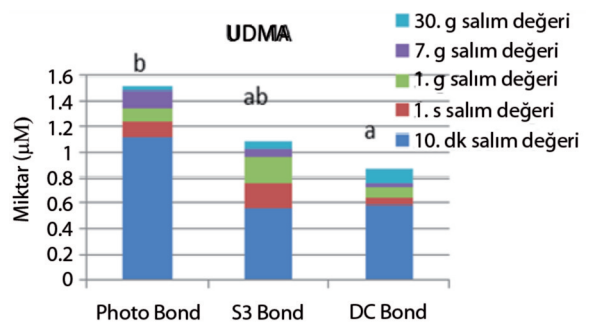


Şekil 4. Adezivlerden salınan toplam Bis-GMA miktarları (n=20). Aynı harfi taşıyan gruplar arasında istatistiksel olarak fark yoktur

TARTIŞMA

Adeziv materyaller diş hekimliğinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Diş hekimliği teknolojisi alanındaki gelişmeler ile kullanıma sunulan materyallerin, öncelikle göre diş sert dokularına daha güçlü bağlanabilmeleri, mikro sızıntılarının daha düşük olması, çiğneme kuvvetlerine karşı yeterli düzeyde direnç göstermeleri başarı kriterleri olarak görünse de bu materyallerin biyolojik dokular üzerine zararlı etkilerinin olmaması belki de en öncelikli aranılması gereken özelliklerinden biridir.

Akrilatlar ve özellikle metakrilatların sitotoksik etkilerinin olduğu birçok çalışmada bildirilmiştir. Dimetakrilat monomerler, dental uygulamalarda dentin bondinglerin, kompozit rezinlerin, rezin esaslı simanların ve fissür sealantların yapısında bulunmaktadır.³ Resin matrikte yer alan temel monomerler Bis-GMA, TEGDMA ve UDMA'dır.^{14,16} Ancak polimerizasyon sonrası yüksek miktardaki organik bileşikler, polimer zincire bağlanmadan



Şekil 5. Adezivlerden salınan toplam UDMA miktarları (n=20). Aynı harfi taşıyan gruplar arasında istatistiksel olarak fark yoktur

ortamda serbest kalabilmektedir. Resin materyallerin polimerizasyon derecesi %55-80 arasında gerçekleşmektedir.¹⁷ Polimer ağın içerisindeki metakrilat grubun %25-60'ı reaksiyona girmeden serbest halde kalırken, reaksiyona girmeyen kısmın %10'u ortama salınmakta-

dır.¹⁸⁻²⁰ Rezin esaslı materyallerden salınan monomer miktarlarının belirlenmesinde en sık kullanılan yöntemler GC ve HPLC'dir. GC genellikle uçucu maddelerin analizi için uygundur. Bis-GMA, UDMA ve TEGDMA gibi büyük molekül ağırlığına sahip maddelerin analizi için ise HPLC sisteminin daha uygun bir yöntem olduğu bildirilmektedir.²¹ Bu çalışmada da adeziv materyallerden salınan monomer miktarını belirlenmesi için HPLC sisteminden yararlanıldı.

Sığır keser dişlerinin yapı olarak insan dişlerine benzemesi ve insan dişleri ile sığır keser dişleri arasında koronal dentin tübül sayısı bakımından fark görülmemesi sığır dişlerinden elde edilen dentin kesitlerinin çalışmalarda kullanılmasını uygun hale getirmektedir.^{22,23} Ayrıca istenilen boyutlarda standart dentin kesitleri elde edebilmek için sığır keser dişleri uygun büyüklüktedir. Bu çalışmada adezivler sığır keser dişlerinden elde edilen standart dentin kesitleri üzerine uygulandı.

Dentin kesitleri üzerine uygulanan adeziv miktarlarının farklı olması salınan monomer miktarını etkileyebilmektedir. Bu nedenle bu çalışmada standardizasyonu sağlamak amacıyla adezivler standart dentin kesitleri üzerine hassas terazi kullanılarak eşit miktarlarda uygulandı. Çalışmamızda adeziv materyallerin üzerine kompozit rezin veya herhangi bir dolgu materyali uygulanmadı. Çünkü kompozitlerde rezin monomerler içermektedir. Dolayısıyla adezivin üzerine kompozit uygulandığı zaman sadece adeziv materyalden salınan monomer miktarı hakkında bilgi edinmek mümkün olmamaktadır. Bu çalışmada adezivlerin üzerine herhangi bir restoratif materyal uygulanmaksızın adezivlerden salınabilecek maksimum monomer miktarlarını belirlemek amaçlandı.

ABD İlaç ve Gıda birliği (US FDA) rezin esaslı materyallerden salınan monomer miktarının belirlenmesinde çözücü olarak %75'lik etanol-su çözeltisinin kullanılmasını tavsiye etmiştir. Artık monomer miktarını belirlemek için yapılan birçok çalışmada çözücü olarak etanol-su karışımı kullanılmıştır.^{3,21,24} Etanol rezin matrisine penetre olarak polimer zincirlerin arasındaki boşluklarda genişleme meydana getirerek polimer matrisin içerisinde reaksiyona girmeden kalmış olan artık monomerlerin salınmasını sağlamaktadır.^{3,21}

Rezin materyallerden ilk dakikalarda yüksek miktarda artık monomer salımının olduğu ilerleyen zamanlarda bu miktarın giderek azaldığı bildirilmiştir.²⁵ Bu çalışmada da adezivlerden ilk 10 dk. içerisinde yüksek bir salım olduğu ve bu salımın 30. güne kadar azalarak devam ettiği görüldü.

Adeziv sistemlerin polimerize olabilmesi için belli miktarda kuantum enerjisi (fotonlar) gerekmektedir. Bu enerji adeziv içerisindeki kamforokinon ve reaksiyon başlatıcıları uyarır ve amin gruplarla reaksiyonu başla-

tarak serbest radikaller oluşturur. Polimerizasyon süresinin arttırılması ile elde edilen yüksek enerji yoğunluğu reaksiyonu başlatarak yüksek molekül ağırlıklı ve çapraz bağlı polimer oluşumunu sağlayabilir.⁷

Sideridou ve Achilias³ Bis-GMA, TEGDMA, UDMA ve Bis-EMA rezin monomerleri teflon kalıplar içerisinde 60 sn., 80 sn. ve 100 sn. sürelerde polimerize ettikten sonra etanol-su karışımı içerisinde bekleterek artık monomer salımını araştırdıkları bir çalışmada polimerizasyon süresinin arttırılmasıyla monomer salımının azaldığını gözlemlemişlerdir. Ancak bu çalışma saf monomer rezinler üzerinde yapılmıştır. Moreira ve ark.⁹ asitle pürüzlendirmeli bir adezivi 10 sn., 20 sn. ve 40 sn. sürelerde polimerize ederek salınan monomer miktarlarını araştırdıkları bir çalışmada adeziv sistemlerde polimerizasyon süresinin arttırılmasıyla su emiliminin ve salınan artık monomer miktarının azaldığı görülmüştür. Bu araştırmacılar firmalar tarafından tavsiye edilen polimerizasyon süresinin yeterli olmadığını iddaa etmektedir. Feng ve ark.⁸ dental adezivler ve kompozit rezinlerde polimerizasyon için ışık kaynağının uygulama süresinin en az firmaların tavsiye ettiği miktarda olması gerektiğini belirtmişlerdir. Bu çalışmada polimerizasyon süresinin arttırılmasıyla sadece Clearfil Photo Bond adezivinden salınan UDMA ve Clearfil S³ Bond adezivinden salınan Bis-GMA miktarının önemli derecede azaldığı tespit edildi. Polimerizasyon süresini arttırmanın diğer gruplarda monomer salımına etkisi olmadığı görüldü ve üretici firmaların tavsiye ettikleri polimerizasyon süresinin büyük oranda yeterli olduğu anlaşıldı.

Rezin materyaller, biyolojik reaksiyonlara neden olabilecek bileşenler içermektedir. Bu bileşenlerin birçoğu özellikle de epoksi rezinler ve monomerler biyolojik dokularda sitotoksik etkilere neden olabilmektedir. Bis-GMA, UDMA ve TEGDMA monomerlerinin canlı dokular üzerinde sitotoksik etki oluşturabileceği çeşitli araştırmalarda gösterilmiştir.¹¹⁻¹³ Ratanasathien ve ark.¹² fare fibroblast hücreleri üzerine Bis-GMA'nın toksik etki eşliğini 9.35 µM ve TEGDMA'nın toksik etki eşliğini ise 124.5 µM olarak bildirmişlerdir. Schwengberg ve ark.¹³ çalışmalarında 0.1 µM Bis-GMA'nın fare embriyonik kök hücrelerinde teratojenik etki oluşturduğunu bildirmişlerdir. Noda ve ark.¹¹ TEGDMA'nın insan monositleri üzerine sitotoksik etkisini 4000 µM olarak tespit etmişlerdir. Hanks ve ark.¹⁰ UDMA'nın memeli fibroblastları üzerine sitotoksik etki değerini 17.4 µM olarak belirlemişlerdir. Yapılan çalışmalar dikkate alındığında bu çalışmada kullanılan adeziv materyallerden salınan Bis-GMA değerlerinin canlı dokular üzerine sitotoksik etki gösterebileceği söylenebilir. UDMA değerleri ise yukarıdaki çalışmaların canlı dokular üzerine gösterdiği sitotoksik etki değerlerinden daha düşük bulundu. Ancak rezin materyallerin mutajenik, alerjik ve biyolojik dokulara olumsuz

etkiler göstermesi için bu materyallerden salınan maddelerin belli konsantrasyonlarda olması gerekmektedir.^{21,26} Bu nedenle rezin materyallerden salınan bileşiklerin tüm konsantrasyonları biyolojik olarak tehlike oluşturabilme potansiyeline sahiptir. Dolayısıyla ağız ortamına salınan bu bileşiklerin biyolojik dokulara olan zararlarını en aza indirmek için rezin materyallerin doğru ışık kaynağıyla yeterli sürelerde polimerize edilmeleri kritik öneme sahiptir.

Çalışmamızda adezivlerin üzerine restoratif materyal uygulanmayıp böylece adezivlerden salınabilecek maksimum monomer miktarını belirlemek amaçlanmıştır. Resin materyallerden artık monomer salımı polimerizasyon süreci, rezin materyalin içeriği ve *in vitro* şartlarda kullanılan organik çözücünün kimyasal yapısı ile yakından ilişkilidir.¹⁸ Resin materyalin diş sert dokularına uygulanması, polimerizasyon işlemleri, hastanın ağız sıvılarının kimyasal içeriği ve restorasyonda oluşan stresler ise artık monomer salımında *in vivo* şartlarda önem kazanmaktadır. Ayrıca rezin materyallerin uygulama basamakları arttıkça çalışma hassasiyeti etkilenecek ve polimerizasyon da olumsuz yönde etkilenebilecektir. Tüm bu nedenlerle laboratuvar şartları klinik durumu taklit edemeyebilir ve monomer salım değerleri *in vivo* şartlardaki salım seviyelerini yansıtmayabilir.²⁴ Bu nedenle rezin materyallerden salınan artık monomer miktarı ve bunların dokular üzerine olan biyolojik etkilerinin değerlendirilmesinde *in vivo* çalışmalara gereksinim duyulmaktadır.

SONUÇ

Üretici firmalar tarafından tavsiye edilen polimerizasyon süresinin arttırılmasıyla bazı adezivlerden salınan monomer miktarı azalabilmektedir.

TEŞEKKÜR VE ANMA

Bu çalışma Selçuk Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü tarafından 11202017 proje numarasıyla desteklenmiştir.

Çıkar çatışması: Yazarlar bu çalışmayla ilgili herhangi bir çıkar çatışmalarının bulunmadığını bildirmişlerdir.

KAYNAKLAR

1. Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Inoue S, Yoshida Y, Perdigão J, *et al.* Bonding to enamel and dentin. Summit JB, Robbins JW, Hilton TJ, Schwartz RS, eds. Fundamentals of Operative Dentistry, 3rd edn. Illinois: Quintessence Publishing; 2006. p.183-260.
2. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. Biomaterials 2007;28:3757-85.
3. Sideridou ID, 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.
4. Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. J Dent Res 1990;69:1652-8.

5. Cardoso Pde C, Loguercio AD, Vieira LC, Baratieri LN, Reis A. Effect of prolonged application times on resin-dentin bond strengths. J Adhes Dent 2005;7:143-9.
6. Nunes TG, Ceballos L, Osorio R, Toledano M. Spatially resolved photopolymerization kinetics and oxygen inhibition in dental adhesives. Biomaterials 2005;26:1809-17.
7. Reis A, Ferreira SQ, Costa TRF, Klein-Junior CA, Meier MM, Loguercio AD. Effects of increased exposure times of simplified etch-and-rinse adhesives on the degradation of resin-dentin bonds and quality of the polymer network. Eur J Oral Sci 2010;118:502-9.
8. Feng L, Carvalho R, Suh BI. Unsufficient cure under the condition of high irradiance and short irradiation time. Dent Mater 2009;25:283-9.
9. Moreira F, Filho N, Souza J, Lopez L. Sorption, solubility and residual monomers of a dental adhesive cured by different light-curing units. Braz Dent J 2010;21:432-8.
10. Hanks CT, Strawn SE, Wataha JC, Craig RG. Cytotoxic effects of resin components on cultured mammalian fibroblasts. J Dent Res 1991;70:1450-5.
11. Noda M, Wataha JC, Kaga M, Lockwooh PE, Volkmann KR, Sano H. Component of dentinal adhesives modulate heat shock protein 72 expression in heatstressed TPH-1 human monocytes at sublethal concentrations. J Dent Res 2002;81:265-9.
12. Ratanasathien S, Wataha JC, Hanks CT, Dennison JB. Cytotoxic interactive effects of dentin bonding components on mouse fibroblasts. J Dent Res 1995;74:1602-6.
13. Schwengberg S, Bohlen H, Kleinsasser N, Kehech K, Seiss M, Walter UI, *et al.* In vitro embryotoxicity assessment with dental restorative materials. J Dent 2005;33:49-55.
14. Ortengren U, Wellendorf H, Harlosson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. J Oral Rehabil 2001;28:1106-15.
15. Moharamzadeh K, Van Noort R, Brook IM, Scut 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.
16. Spahl W, Budzikiewicz H, Geurtsen W. Determination of leachable components from four commercial dental composites by gas and liquid chromatography/mass spectrometry. J Dent 1998;26:137-45.
17. Usümez S, Büyükyılmaz T, Karaman AI, Gündüz B. Degree of conversion of two lingual retainer adhesives cured with different light sources. Eur J Orthod 2005;27:173-9.
18. Ferracane JL. Elution of leachable components from composites. J Oral Rehabil 1994;21:441-52.
19. Ferracane JL, Condon JR. Post cure heat treatments for composites: properties and fractography. Dent Mater 1992;8:290-5.
20. 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.
21. Botsalı MS. Resin esaslı fissür örtücülerin farklı ışık kaynakları ile polimerizasyonu sonrasında açığa çıkan artık monomer miktarının, yüzey sertliğinin ve bağlanma dayanımının araştırılması [tez]. Konya: Selçuk Üniversitesi; 2008.
22. Büyükközer T. Farklı ışık kaynakları ile polimerize edilen çeşitli adeziv sistemlerden farklı dentin kalınlıkları altında salınan artık monomerlerin yüksek basınçlı likit kromatografisi ile analizi [tez]. Konya: Selçuk Üniversitesi; 2009.
23. Schilke R, Lisson JA, Bauss O, Geurtsen W. Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. Arch Oral Biol 2000;45:355-61.
24. Altıntaş S, Usumez A. Evaluation of monomer leaching from a dual cured resin cement. J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater 2008;86:523-9.
25. Söderholm KJ, Mariotti A. BIS-GMA--based resins in dentistry: are they safe? J Am Dent Assoc 1999;130:201-9.
26. Schmalz G. The biocompatibility of non-amalgam dental filling materials. Eur J Oral Sci 1998;106:696-706.

Effect of different exposure times on the amount of residual monomer released from adhesive systems

ABSTRACT

OBJECTIVE:The aim of this study was to evaluate the amount of residual monomer released from three different adhesive systems polymerized with four different exposure times.

MATERIALS AND METHOD:The adhesives were applied onto dentin surfaces (length of an edge of 7 mm and 0.9 mm thickness) according to the manufacturer instructions, and polymerized using light curing unit (LED) for 10, 20, 40 and 60 seconds, respectively (n=5). After polymerization, each specimen was immediately immersed in lightproof glass

bottle containing 75% ethanol and 25% deionized water at 37 °C. During the period of immersion, samples were removed from the bottles at 10 min, 1 h., 24 h., 7 d. and 30 d. by using micro-pipette. Residual monomers (Bis-GMA, UDMA) eluted from adhesives were analyzed with HPLC. The results were analyzed with one-way analysis of variance and Tukey HSD test.

RESULTS: There was residual monomer release at all time periods. It was observed that the increase in the polymerization time did not have an effect on residual monomer release except for Clearfil S3 Bond (Bis-GMA) and Clearfil Photo Bond (UDMA) groups.

CONCLUSION: Longer exposure times than those recommended by the manufacturers may decrease residual monomer release from some of the adhesives.

KEYWORDS: Adhesives; monomer; HPLC; polymerization