

**T.C.  
İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ  
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**( DOKTORA TEZİ )**

**KOLLAJEN ÇAPRAZ BAĞLAYICILARIN, REÇİNELERİN  
DENTİNE BAĞLANMADA ETKİLERİNİN İNCELENMESİ**

**LOCHİN MUHTADOV**

**DANIŞMAN  
PROF.DR. HAŞMET ULUKAPI**

**DİŞ HASTALIKLARI VE TEDAVİSİ ANABİLİM DALI  
DİŞ HASTALIKLARI VE TEDAVİSİ PROGRAMI**

**İSTANBUL-2016**

## DOKTORA TEZİ ONAYI

İstanbul Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü . Diş Hekimliği Fakültesi, Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı, Diş Hastalıkları ve Tedavisi Programında Doktora öğrencisi Lochin MUHTADOV tarafından Prof.Dr.Haşmet ULUKAPI'nın danışmanlığında hazırlanan "Kollajen Çapraz Bağlayıcıların, Reçinelerin Dentine Bağlanmada Etkilerinin İncelenmesi." başlıklı tez aşağıdaki jüri üyeleri tarafından 24 /10/2016 tarihinde yapılan Tez Savunma Sınavında başarılı bulunmuş ve Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

**Jüri Başkanı**  
Prof.Dr.Haşmet ULUKAPI  
İstanbul Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi  
Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı

**Jüri-Danışman**  
Prof.Dr.Bülent TOPBAŞI  
Marmara Üniversitesi Dişhekimliği Fak.  
Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı

**Jüri**  
Prof.Dr.Elif SEPET  
İstanbul Üniversitesi Dişhekimliği Fak.  
Pedodonti Anabilim Dalı

**Jüri**  
Prof.Dr.Arzu AYKOR  
Okan Üniversitesi Dişhekimliği Fak.  
Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı

**Jüri**  
Doç.Dr.Uğur ERDEMİR  
İstanbul Üniversitesi Dişhekimliği Fak.  
Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı

## BEYAN

Bu tez çalışmasının kendi çalışmam olduğunu, tezin planlanmasından yazımına kadar bütün safhalarda etik dışı davranışımın olmadığını, bu tezdeki bütün bilgileri akademik ve etik kurallar içinde elde ettiğimi, bu tez çalışmayla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara kaynak gösterdiğimi ve bu kaynakları da kaynaklar listesine aldığımı, yine bu tezin çalışılması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığı beyan ederim.

LOCHİN MUHTADOV

(İmza)



## İTHAF

Doktora tezimi, varlığıyla bana güç veren ve hayatımı anlamlı kılan aileme ithaf ediyorum.



## TEŞEKKÜR

Doktora eğitimim boyunca bana yol gösteren, bilgi, tecrübe ve desteğini hiçbir zaman esirgemeyen, akademik hayatımdaki bilgi birikimimi sayesinde edindiğim, çalışma azmini ve disiplinini örnek aldığım doktora tez danışmanım Prof. Dr. HAŞMET ULUKAPI'ya

Bugünlere gelmem de emekleri olan başta Anabilim Dalı Başkanı Prof. Dr. Sami Büyükgökçesu olmak üzere Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı öğretim üyelerine;

Doktora eğitimim boyunca ve tez çalışmam sırasında yardımlarını esirgemeyen Dr. Oktay Yazıcıoğlu'na

Doktora eğitimimin bana kattığı en güzel dostlukları ve arkadaşlık ilişkilerini yaşatan, desteklerini benden esirgemeyen doktora öğrencisi arkadaşlarım ve araştırma görevlilerine,

Hayatım boyunca her zaman yanımda olan canım aileme yardımları, emekleri, fedakarlıkları, sevgileri ve sabırları için sonsuz teşekkür ederim.

## İÇİNDEKİLER

TEZ ONAYI .....	İİ
BEYAN.....	İİİ
İTHAF.....	İV
TEŞEKKÜR.....	V
İÇİNDEKİLER .....	VI
TABLolar LİSTESİ.....	Vİİİ
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	İX
SEMBOLLER / KISALTMALAR LİSTESİ.....	XI
ÖZET .....	Xİİİ
ABSTRACT.....	XİV
1. GİRİŞ VE AMAÇ.....	1
2. GENEL BİLGİLER .....	3
2.1. Bağ dokusu fibrilleri .....	3
2.2. Dentin.....	5
2.2.1. Dentin kollajenleri .....	6
2.2.2. Dental Adezyon .....	7
2.2.3. Dentin Bağlayıcı Sistemlerin Sınıflandırılması .....	10
2.2.3.1. Total-Etch Sistemler.....	10
2.2.3.2. Self-Etch Adeziv Sistemler .....	12
2.2.3.3. Cam İyonomer Adezivler .....	14
2.3. Kollajen çapraz bağlayıcı ajanlar .....	15
2.3.1. Glutaraldehit(GD).....	16
2.3.1.1. Çözünürlük, stabilite, uygunluk .....	16
2.3.1.2. Önerilen doz oranları.....	16
2.3.1.3. Güvenlik özellikleri.....	17
2.3.2. Proantosiyanidin(PAs).....	17
2.3.3. Genipin(GP).....	18
2.3.3.1. Çeşitli ilaç iletim sistemlerinde genipin çaprazbağlantısı.....	19
2.3.3.2. Oftalmik ilaç iletiminde genipin çaprazbağlantılı kitozan-jelatin jel.....	19
2.4. Bağlanma Dayanımı Testleri .....	20
2.4.1.1. Makaslama Bağlantı Dayanım Testi (Shear Bond Strength Test) .....	21

2.4.1.2. Gerilim Bağlantı Dayanım Testi (Tensile Bond Strength Test).....	22
2.4.1.3. Mikro Gerilim Bağlantı Dayanım Testi (Microtensile Bond Strength Test)22	
2.4.1.4. Mikro gerilim test metodunun avantajları.....	25
2.4.1.5. Mikro gerilim test metodunun dezavantajları: .....	26
3. GEREÇ VE YÖNTEM.....	27
3.1. Çalışmada Kullanılan Materyaller .....	27
3.1. Dişlerin Seçimi.....	28
3.2. Grupların Oluşturulması .....	29
3.3. Örneklerin hazırlanması.....	29
3.3.1. Self etch dentin adesifi uygulaması .....	30
3.3.2. Total etch dentin adesifi uygulaması .....	30
3.3.3. Mikro Gerilim Bağlantı Dayanım Ölçümü.....	31
3.4. Kırılma Tiplerinin İncelenmesi.....	32
3.5. Verilerin İstatiksel Analizi.....	32
4. BULGULAR.....	44
5. TARTIŞMA .....	56
6. SONUÇLAR.....	67
KAYNAKLAR .....	68
HAM VERİLER .....	79
ETİK KURUL KARARI .....	84
ÖZGEÇMİŞ .....	85

## TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1. Kollajen tipleri .....	4
Tablo 3.1. Çalışmada Kullanılan Materyallerin Kimyasal İçerikleri ve Üretici Firmalar 28	
Tablo 3.2. Çalışma grupları .....	29
Tablo 4.1. Farklı konsantrasyonda genipinin, farklı sürelerle uygulanmasından elde edilen bağlanma değerleri (Ort±SS, MPa).....	44
Tablo 4.2. %2.5'lik Genipinin 30 ve 60 sn uygulaması ile elde edilen bağlanma değerleri (MPa) .....	45
Tablo 4.3. %5'lik Genipinin 30 ve 60 sn uygulaması ile elde edilen bağlanma değerleri (MPa) .....	46
Tablo 4.4. %10'luk Genipinin 30 ve 60 sn uygulaması ile elde edilen bağlanma değerleri (MPa) .....	46
Tablo 4.5. Genipin Uygulama Süresine ve Kullanılan Adesife Bağlı Olarak, Deneç Gruplarının Deęerlendirilmesi (MPa).....	48
Tablo 4.6. Kullanılan Adesif TipineBaęlı Olarak, Grupların Deęerlendirilmesi .....	49
Tablo 4.7. Genipin Uygulama Süresine Baęlı Olarak, Deneç Gruplarının Karşılaştırılması .....	50
Tablo 4.8. %2.5 Genipinin farklı sürelerde uygulanması sonrasında kırılma tiplerinin dağılımı .....	52
Tablo 4.9. %5 Genipinin farklı sürelerde uygulanması sonrasında kırılma tiplerinin dağılımı .....	53
Tablo 4.10. %10 Genipinin farklı sürelerde uygulanması sonrasında kırılma tiplerinin dağılımı .....	53



## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2-1:Modern dentin bağlayıcı sistemlerin sınıflandırılması (Van Meerbeek ve ark. 1998).....	11
Şekil 2-2:Gluteraldehitin kimyasal yapısı (Sung ve Diğ., 2000).....	16
Şekil 2.3. Genipinin kimyasal yapısı (Yuan ve Diğ., 2007). ....	19
Şekil 2-4:Mikro gerilim testi için hazırlanan çeşitli örnek şekilleri: (a) çubuk, (b) halter, (c) kum saati .....	24
Şekil 3.1. Farklı konsantrasyonda kullanılan Genipin.....	32
Şekil 3.2. Çalışmada Kullanılan “Adper Easy One Self Etch Adhesive” ve total etch dentin adesifi ajan olan “Adper Single Bond”.....	33
Şekil 3.3. Kullanılan Kompozit (Filtek-Z550 Supreme XT).....	33
Şekil 3.4. Optilux 501 (Halogen Curing Light, Kerr, USA) .....	34
Şekil 3.5. Radiometre (Hilux Ledmax Light Curing).....	34
Şekil 3.6. Isomet 1000 Cihazı (Buehler Precision Saw, Düsseldorf, Germany) .....	35
Şekil 3.7. Mikrogerilim Test Cihazı (BISCO inc, Schaumburg, IL, USA).....	35
Şekil 3.8. Stereo Mikroskop (Olympus SZ61, Munster, Germany).....	36
Şekil 3.9. Kullanılan Üçüncü Büyük Azı Dişler .....	36
Şekil 3.10. Elmas Disk (Isomet-Buehler, Düsseldorf, Germany) .....	37
Şekil 3.11. Buehler MetaServ 250 Grinder-Polisher (Düsseldorf, Germany).....	37
Şekil 3.12. Tofflemire Matriks ile Uygulanması .....	38
Şekil 3.13. Kullanılacak Dişin Tofflemire Matriks ile Çepeçevre Sarılması .....	38
Şekil 3.14. 5 mm Yüksekliğinde Kompozit Blok Oluşturulması .....	39
Şekil 3.15. %37.5’ lik fosforik asit .....	39
Şekil 3.16. Dentin Yüzeyinde 4 mm Kompozit Reçine Uygulanmış Sekli.....	39
Şekil 3.17. Dişin Mine Kısımını 3 mm Dentin Yüksekliğinde kalacak kadar uzaklaştırılması.....	40
Şekil 3.18. Dişin Kök Kısımının 5 mm Dentin Yüksekliği Kalacak Sekilde Uzaklaştırılması .....	40
Şekil 3.19. 1 mm Kalınlığındaki Kesitlerin Bağlanma Yüzeyine Dik Olacak Şekilde Akrilik Bloğa Sabitlenmesi ve 1mm alanında çubukların elde edilmesi.....	41
Şekil 3.20. 1mm Kalınlığındaki Dentin Çubukların Şekli.....	41
Şekil 3.21. by BEST (BY-1500, Cyanoacrylate Adhesive, Ergin Endüstri, İstanbul, Türkiye) .....	42

Şekil 3.22. 1mm Alanındaki Deneş Çubuklarının Siyanoakrilat Adeziv Ajan ile Sabitlenmesi.....	42
Şekil 3.23. Çekme Kuvveti Uygulanan Deneş Çubuklarının Kopma Anı (BISCO inc, Schaumburg, L, USA) .....	43
Şekil 3.24. Mikrogerilim Cihazında Kopan Örneşlerin Stereo Mikroskop Altında İncelenmesi (Olympus SZ61, Munster, Germany).....	43
Şekil 4.1. Dentinde Görülen Koheziv Başarısızlık ( 30 sn Total-Etch ) .....	54
Şekil 4.2. Adeziv/mix Başarısızlık (60 sn Total-Etch ).....	54
Şekil 4.3. Kompozitle Görülen Koheziv Başarısızlık ( 30 sn Self-Etch ) .....	55



## SEMBOLLER / KISALTMALAR LİSTESİ

(wt) :Ağırlıkça

$\mu\text{m}$ : mikrometre

$\mu\text{TBS}$ : Mikrogerilim bağlanma

dayanımı cm: Santimetre

Bis-GMA: Bisphenol A diglycidyl

methacrylate GDMA: Glisidil dimetakrilat

GDMP: Gliserol dimetakrilat

ester HA: Hidroksiapatit

HEMA: Hidroksietil metakrilat

ISO: International Organization for Standardization

MEP: metakriloyloksietil dihidrojen fosfat

mm/dk : Milimetre/dakika

mm: Milimetre

$\text{mm}^2$ : Milimetrekare

MPa: Megapaskal (Newton/milimetrekare)

$\text{mW/cm}^2$ : Santimetrekare başına miliwatt olarak düşen güç yoğunluğu

N: Newton nm:

Nanometre

$^{\circ}\text{C}$ : Santigrad derece

p: İstatistiksel anlamlılık düzeyi

pH: Bir çözeltinin asitlik veya alkalinite derecesi (*power of hydrogen*)

TEG-DMA: Triethylene glycol-dimethacrylate

UDMA: Urethan dimethacrylate

$\mu$ : Mikron

GD: Gluteraldehit

PAs: Proantosiyanidin

GP: Genipin



## ÖZET

Lochin M. (2016). Kollajen çapraz bağlayıcıların, reçinelerin dentine bağlanmada etkilerinin incelenmesi. İstanbul Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Diş Hastalıkları ve Tedavisi ABD. Doktora Tezi. İstanbul.

Bu çalışmanın amacı, bir doğal kollajen çapraz bağlayıcı ajan olan genipin'in farklı konsantrasyon ve sürelerde uygulanarak farklı dentin adesiflerinin dentine bağlanma direncine etkisini in vitro olarak değerlendirmektir. Çalışmada 28 adet çekilmiş 20 yaş dişin 4 adedi kontrol grubu olarak ayrılmış ve bu dişlere genipin uygulaması yapılmamıştır. Deney grubu olarak ayrılmış dişler ise %2.5, %5, %10 konsantrasyonunda genipinin 30 ve 60 saniye süre ile uygulanmasından sonra, "Adper Easy One Self Etch Adhesive", ve "total etch" dentin adesifi "Adper Single Bond kullanılarak kompozit reçine (Filtek Supreme XT) ile restore edilmiştir. Elde edilen örneklerde kopma değerlerinin ölçümü için mikro gerilim bağlanma cihazından faydalanılmıştır (Bisco Inc, ABD). Kopma tipleri ise stereomikroskop (Olympus, SZ61, Munster, Germany) kullanılarak belirlenmiştir. Çalışma verileri değerlendirilirken parametrelerin gruplar arası karşılaştırmalarında Oneway Anova testi ve farklılığa neden olan grubun tespitinde Tukey HSD testi kullanılmıştır. Parametrelerin iki grup arası karşılaştırmalarında Student t test kullanılmıştır. Anlamlılık  $p < 0.05$  düzeyinde değerlendirilmiştir. Genipinin 30 saniye uygulamasından sonra total etch dentin bağlayıcı kullanılması, kontrol grubu ile karşılaştırıldığında dentine bağlanma dayanımını etkilememiştir ( $p > 0,05$ ). %2.5 genipin uygulamasını takiben gerek self etch gerekse total etch dentin adesifi kullanımı ile, reçinenin dentine bağlanma değerleri anlamlı olarak artmaktadır. En yüksek bağlanma dayanımı self etch adesifle birlikte %2.5 genipinin 60 saniye süre ile uygulanması ile elde edilmiştir ( $46,22 \pm 12,98$  MPa). Sonuç olarak, Genipin konsantrasyonunun artırılması reçinenin dentine bağlanma dayanımında etkili değildir. Genipin uygulama süresinin artırılması ile reçinenin dentine bağlanma dayanımı doğru orantı ile artmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Kollajen Çapraz Bağlayıcı, Genipin, Adezivi, Çekme Kuvveti, Mikro Gerilim,

## ABSTRACT

Lochin M (2016). Investigation of effects of collagen cross-linkers on bonding of resins to dentine. Istanbul University Medical Sciences Institute, Department of Restorative Dentistry. PhD Thesis. Istanbul.

**Objectives:** The aim of this study is in vitro investigation of effect of a natural collagen cross-linker “genipine” with different concentrations and application time to bonding strength of different dentine adhesives to dentine.

**Materials and methods:** In this study 28 wisdom teeth were used. 4 teeth were used as control group to which genipine was not applied. The research groups were separated into 14 groups to which genipine were applied. Genipine was applied in %2.5, %5, %10 concentrations for 30 and 60 seconds. After genipine application a self etch dentine adhesive “Adper Easy One Self Etch Adhesive” and a total etch dentine adhesive “Adper Single Bond” were applied and restored with composite resin (FiltekSupreme XT ). In order to measure breaking values the microtensile testing device (BiscoInc, ABD) was used. Stereomicroscope (Olympus, SZ61, Munster, Germany) was used for determining breaking types. OnewayAnova test was used for comparison of parameters between groups and Tukey HDS test for determination of group caused disparity. Student t test was used for composition of parameters between two groups. **Results:** The significance was evaluated on  $p < 0.05$  level. After usage of genipine for 30 seconds there wasn't significant difference between control group and self etch bonding group ( $p > 0,05$ ). After usage of % 2.5 genipine in both groups the bonding strength was increased. The highest value was measured in the group of %2.5 genipine application for 60 seconds followed by self adhesive group ( $46,22 \pm 12,98$  MPa).

**Conclusion:** As a result increasing of concentration of genipine wasn't effective on bonding strength while increasing time of application increased bonding strength directly proportional.

**Key Words:** Collagen cross-linker, genipin, adhesives, degradation, bonding strengch.

# 1. GİRİŞ VE AMAÇ

Günümüzde restoratif tedavi, adesif özellikteki, diş renginde reçine esaslı materyaller kullanılarak gerçekleştirilmektedir (Buonocore MG. 1955). yılında ortaya koyduğu dental adezyon fikri ile başlayan bağlayıcı ajan geliştirme çabaları, günümüzde bu ajanın hem dentini örtüleme hem de bağlama kapasitelerinin artırılma çalışmaları ile süregelmektedir. Adesif sistemlerdeki tüm gelişmelere rağmen, halen bağlanma ara yüzü diş rengindeki reçine restorasyonlarının en zayıf bölgesidir. Kenar renkleşmesi, zayıf kenar adaptasyonu ve bunların sonucunda restorasyonda retansiyon kaybı, klinikte en sık rastlanabilen olumsuzluklardır. Bunun yanı sıra, dentin organik komponentinin özelliklerine bağlı olarak adesif-dentin bağı, adesif-mine bağlanmasına göre daha kısa sürede bozulmakta ve restorasyon kaybına neden olabilmektedir. (Breschi L, ve ark. 2008). Başlangıçta dentinde de oldukça yüksek bağlanma değerleri elde edilse de, yaşlanma ile birlikte bu değer azalmakta ve kullanılan bonding ajanından bağımsız olarak hem “etch & rinse” hem de “self etch” bondinglerde restorasyon kaybına yol açabilmektedir (van Dijken JW, ve ark. 2007). (Loguercio AD, ve ark, et al. 2008).

Adesif-dentin bağı, demineralize dentinin kollagen ağına reçinenin infiltre olması ile meydana gelen hibrit tabaka ile gerçekleşmektedir. Dolayısı ile hibrit tabaka içerisindeki kollagenin stabilitesi ve bütünlüğü, bağlanmanın etkinliği açısından çok önemlidir (Cova A,ve ark. 201). Hibrit tabaka içindeki kollagen ağının sürekliliğini koruyabilmek için birçok strateji geliştirilmiştir. Kollagen ağını koruyabilmek için başlıca iki yöntem geliştirilmiştir: Fiziksel yöntemler ve kimyasal yöntemler. Fiziksel yöntemler, foto oksidatif yöntemler olarak ta adlandırılmakta ve özellikle ultraviole ışını kullanımını kapsamaktadır (Barnard K, ve ark 1987). Kimyasal yöntemler ise glutraldehit, formaldehit, transglutaminaz, carbodiimid, genepin ve proantocianidin gibi doğal ya da sentetik kollagen çapraz bağlayıcı ajanların kullanımını kapsamaktadır (Bedran-Russo AK, ve ark 2008). Yapılan in vitro çalışmalarda dentine %2 glutraldehit uygulaması bağlayıcı ajanın hem dentine bağlanma kuvvetini arttırmış hem de bağlanmanın sürekliliğini sağlamıştır (Carrilho MRO, ve ark. 2007). Ancak toksik olması nedeni ile kullanımı sınırlı kalmıştır (Walter R, ve ark. 2008).

Proantosianidin ve genipin gibi doğal kollagen çapraz bağlayıcı ajanların ise günümüzde biyoyumlulukları hayvan çalışmaları ile kanıtlanmıştır (Han B, ve ark

2003). Kk yzeyi rklerinden korunmak iin kullanılan proantosianidin ve genipin dentin kollageninin enzimatik etkilerden korunmasını saęlayabilmiřtir (Walter R, ve ark). Ancak bu ajanların adesif-dentin ara yzeyinde kullanıldığında oluřabilecek etkileri konusunda yeterli bilgi bulunmamaktadır.

Bu alıřmanın amacı, doęal kollagen apraz baęlayıcı ajanların kullanılmasının, adesif reinenin dentine baęlanma zellikleri zerine etkilerini arařtırmaktır.





## 2. GENEL BİLGİLER

### 2.1. Bağ dokusu fibrilleri

Bağ dokusu, yapısal ve fonksiyonel gereksinime göre farklılaşmış fibriller içermektedir. Fibriller fibroblastların ürünüdür ve uzun peptit zincirlerinden oluşmuş protein yapıdadır. Bağ dokusunda başlıca üç tip fibril bulunmaktadır.

- Kollajen fibriller,
- Retiküler fibriller
- Elastik fibriller

Kollajen fibriller, bağ dokusunda en fazla miktarda bulunan yapısal komponentidir. Esnektiler ve germe gerilimine yüksek direnç gösterebilirler. Işık mikroskopunda farklı uzunluklarda dalgalı yapıları vardır ve çok farklı genişliklerde bulunabilirler. TEM de incelendiğinde ise ince demetler şeklinde ve basamaklı alt birimlerden oluştuğu gözlenmektedir. Çapları üniform olarak görünse de gelişim sürecine ve bulunduğu yerin özelliklerine göre büyük değişkenlik göstermektedir. Henüz gelişmekte olan bir dokuda 15-20 nm çapında iken tendonlarda 300 nm çapa ulaşabilmektedir.

Tek bir kollajen molekülü  $\alpha$  zinciri olarak tanımlana üç polipeptit içermektedir. Birbiri içine girmiş  $\alpha$  zinciri, sağa doğru burulmuş üçlü sarmalı oluşturmaktadır. Zincirdeki her üçüncü amino asit, glisin molekülüdür.  $\alpha$  zincirinin sonunda ise glisin bulunmaz. Zincirde, genelliklehidroksiprolin veya hidroksilisine glisinin önüne, prolin ise arkasına yerleşmiştir. Üçlü sarmal oluşumunda glisin esastır.

Sarmal oluşturan zincirlerin hepsi özdeş değildir. 600 ila3000 amino asit içeren, farklı büyüklüklerde olabilir. Günümüze kadar 42 tip  $\alpha$  zinciri kodlanmış ve  $\alpha$  zinciri temel alınarak 27 farklı tip kollajen ayırt edilmiştir. Bu çok çeşitli kollajenler tanımlanma tarihlerine göre Romen rakamları ile I den XXVII ye kadar numaralandırılmıştır.(Tablo 2-1) Bu kollajen tipleri homotrimerik ya da heterotrimerik olabilir. Homotrimerik kollajen üç özdeş  $\alpha$  zinciri, heterotrimerik kollajen ise iki hatta üç genetik olarak farklı  $\alpha$  zinciri içermektedir. Gevşek ve sıkı bağ dokusunda bulunan tip I kollajen, heterotrimeriktir.  $\alpha$  zincirlerinden ikisi  $\alpha 1$  olarak adlandırılmıştır ve

özdeştir. Fakat  $\alpha 2$  olarak adlandırılan diğer zincir farklıdır. (van der Rest ve Garrone, 1991; Ross ve Pawlina, 2006).

**Tablo 2.1. Kollajen tipleri**

TİP	LOKALİZASYON	FONKSİYON
I	Deri bağ dokusu, kemik, tendon, ligament, dentin, sklera, faysa, organ kapsüllerinde (tüm vücut kollajeninin %90 ı)	Kuvvetlere karşı direnç, gerilim ve gerginlik sağlar
II	Kıkırdak ve intervertebral disk	Aralıklı basınca karşı direnç sağlar
III	Bazı gevşek bağ dokusu ve organlarda (uterus, karaciger, böbrek, ...)düz kaslarda, kan damarları ve fetal deride	İnce liflerle gevşek ağ örgüsü oluşturarak çeşitli organların özelleşmiş hücrelerin ve damarların taşıyıcı isiletini oluşturur.
IV	Epitel bazal laminasında, böbrek glomerulunda, lens kapsülünde	Destek ve filtrasyon bariyeri
V	Bağ dokusu stromasında üniform dağılmıştır, retiküler ağ ile ilgili olduğu düşünülmektedir.	Tip I kollajen yüzeyinde tip XII ve XIX ile birlikte fibrilin biyomekanik özelliklerini artırır
VI	Kıkırdak matrisinin bir kısmını oluşturur	Kondrositleri matrise bağlar, tip I kollajene kovalent bağ ile bağlanmıştır
VII	Deri göz, uterus ve ösefagus fibrillerine bağlanmıştır	Bazal lamina bağ dokusu bağlanmasını kuvvetlendirir
VIII	Endotel hücre ürünü	Anjiogenesisde endotel hücrelerinin hareketini kolaylaştırır
IX	Tip II kollajenle birlikte kıkırdakta bulunur	Proteoglikan molekülü ile birlikte tip II kollajen kıkırdak ağını stabilize eder.
X	Normal gelişimde, hipertrofi alanında kondrositler üretir.	Kıkırdak içinde tip II, IX, ve XI kollajenin düzenlenmesi için gerekli olan hegzagonal kafes oluşturarak kemik mineralizasyonuna katkıda bulunur.
XI	Kondrositle üretir. Tip II kollajen ile birlikte tip I kollajenin taslağını oluşturur.	Tip II kollajenin büyüklüğünü düzenler. Kıkırdak matrisinin kohesif özelliği için gereklidir.
XII	Deri ve plasentada bulunur. Mekanik gerilimin yüksek olduğu dokularda bulunur.	Tip I kollajen yüzeyinde, tip II, IX ve XI kollajen ile birlikte, fibrilin biyomekanik direncini artırır
XIII	Kemik, kıkırdak, barsak, deri, plasenta ve çizgili kaslarda bulunur.	Tip VII kollajenle birlikte basal lamina boyunca
XIV	Plasenta ve kemik iliğinde izole edilir.	Tip I kollajen yüzeyinde, tip II, IX ve XI kollajen ile birlikte, fibrilin biyomekanik direncini artırır
XV	Mezenkimden kaynaklanan dokularda; kalp ve iskelet kaslarında	Bazal laminayı altındaki bağ dokusuna adezyon ile bağlar.
XVI	Bir çok dokuda bulunur. Fibroblast ve arterial düz kas hücreleri ile birlikte. Ancak tip I kollajen ile birlikte görülmez.	Bağ dokusunun yapısal bütünlüğüne katkı sağlar.
XVII	Epitel hücre membranında, geçiş membran kollajeni olarak bulunur.	Hemidesmozom yapısının stabilizasyonunda görev alır.
XVIII	Epitelyal ve damar basal membranında bulunur.	Endotelial hücre ve anjiogenesisi inhibe eder

## 2.2. Dentin

Mine ve sementin örttüğü dentin, en büyük hacme sahip diş sert dokusudur.

Mineye oranla daha az ( $\cong$ %70), kemik ve semente oranla ise daha çok hidrokisapatit içermektedir. Dentin, iç yüzeyde epiteliyal bir tabaka oluşturan odontoblastlar tarafından salgılanmaktadır. Ameloblastlar gibi odontoblastlar da iyi gelişmiş ergoplasmik retikulum ile büyük Golgi apareyi içerirler ve diğer organeller çok miktarda protein sentezi yapabilmek için gelişmişlerdir. Odontoblastın apikal yüzeyi, kendi üretimi olan dentin ile temas halindedir. Bu bağlantı biçimi ile pulpa ve dentin birbirinden odontoblast tabakası aracılığı ile ayrılmaktadır.

Odontoblastlar arkalarında dentin salgılayarak protoplazmik uzantılarını dentin kanalı içinde bırakarak pulpaya doğru çekilmektedir. Ritmik büyüme ile kanal içindeki protoplazmik uzantı uzayarak dentin kalınlığı artmaktadır. Ritmik büyüme, von Ebner ve Owen çizgilenmeleri gibi gelişim çizgilenmelerini oluşturmaktadır. Yeni salgılanmış, henüz mineralize olmamış, yalnızca organik matriks içeren, odontoblast hücre gövdesine yakın olan dentine, predentin adı verilmektedir. Organik matris iki tip protein içermektedir:

- Dentin fosfoproteinleri; 45 kilodalton, asidik fosfor içeren proteindir. Aspartik asit ve fosfoserinden zengindir ve büyük miktarda kalsiyum bağlayabilmektedir. Dentin fosfoproteinleri mineralizasyonun başlatılmasında ve mineral büyüklüğü ile şeklinin kontrolünde rol almaktadır
- Dentin sialoproteinleri; 100 kilodalton proteoglikandır. Aspartik asit, glutamik asit, serin, glisin ve kondroitin sülfattan zengindir. Dentinin non kollajen proteindir. Kollajen fibrillerin etrafını sararak inorganik fazı oluştururlar. Dentin sialoproteinleri mineralizasyon sürecinde görev almaktadır. (Begue-Kirn ve ark., 1998; Dahl ve ark., 1998)

Predentin kalınlaştıkça odontoblastlar merkeze doğru çekilmekte ve mineralizasyon başlamaktadır. Hücreler merkeze çekilince odontoblastik süreçler uzamakta ve etrafı mineralize dentin ile sarılmaktadır. Yeni oluşmuş dentinde, dentin kanalı, mineralize dentinin sınırını oluşturmaktadır. Zamanla, kanalın etrafını çevreleyen dentin daha fazla mineralize olmaktadır. Bu daha fazla mineral içeren kılıf şeklindeki dentine peritübüler dentin adı verilmektedir. Başka bir deyişle dentin

kanalının çeperi iyi mineralize olmuş peritübüler dentin ile çevrilidir. Kalan dentin kısımları ise intertübüler dentin adını almaktadır. İntertübüler dentin % 30 oranında mineralize tip 1 kollagen fibril içermektedir (Goldberg and Takagi, 1993). Bu fibriller kanal uzun aksına dik olarak kanalı çevrelemektedir. Peritübüler dentin ise daha az miktarda, hacimce %10 oranında, kollajen lif içermektedir. (Qin ve Swain; 2004; Kinney ve ark. 2001)

### 2.2.1. Dentin kollajenleri

Dentin dokusunda kollajen fibrillerin karmaşık yapısını ve özelliklerini anlamak oldukça zordur. Zira doku yaşlanma ile birlikte çeşitli hastalıklardan ve dentin bağlayıcılar ile yapılmış tedavilerden etkilenmiştir. Tip 1 kollajen, 290 nm uzunluğundaki sarmal olmuş üç polipeptit zincirinden meydana gelen bir moleküldür. Bu moleküller birbirleri ile su köprüsü ve hidrofobik çapraz bağlar ile birleşmişlerdir. Dentinogenez sırasında, kollajen molekülleri, odontoblastların endoplazmik retikulumlarında sentezlenerek üçlü sarmal (tropokollagen) şeklinde hücre dışına atılırlar. 5 tropokollajen molekülü, uzunluklarının  $\frac{1}{4}$  ü kadar birbirleri üzerinde kayarak örtüşürler ve 4nm çapında bir mikrofibril oluştururlar (Nimni and Harkness, 1988).

Mikrofibriller ise birbirleri üzerine uzun aksları boyunca çökerek kollajen fibrili oluştururlar. Fibrilogenезin in vitro incelemelerinde, fibrilin tabakalar şeklinde çökerek çapının yaklaşık 8 nm ye ulaştığı ve bu çapa ulaşmış mikrofibrilin, kollajen fibrilini oluşturacak birim mikrofibril olduğu bildirilmiştir. (Parry and Craig, 1988; Prockop and Fertala, 1998).

Elektron mikroskopisi ve “x ray difraction” çalışmaları, doku tipi, yaş ve genetik faktörlere bağlı olarak kollajen fibril çapının 30 ila 500 nm arasında değişebildiğini göstermektedir. (Nimni and Harkness, 1988). Bu çapın, dehidratasyon nedeniyle meydana gelen büzülme ile %10-40 kadar azalabildiği bildirilmiştir (Brodsky et al., 1988). Fibril çaplarının çalışmalarda farklılık göstermesine rağmen çoğunlukla 100nm çapında olduğu bildirilmektedir. (Garberoglio and Brännström, 1976; Pashley, 1991; Perdigo et al., 1996). 30-60 nm çapında olduğunu bildiren kaynaklara da rastlanmaktadır. (Avery, 1988). Bunun nedeni, dentinin farklı bölgelerinde, kollajen büyüklüğünün farklılık göstermesidir. Lin ve ark (1993), fibril kalınlığının mine-dentin sınırında artarak 80- 120 nm ye ulaştığını bildirmiştir.

Kollajen fibrillerin birbiri arkasına sentezlenmesi, belirli bir geometride düzenlenmelerini ve sağlam kristal yapının oluşmasını sağlar. Ancak bu durum fibriller hidrate olduğunda geçerlidir. (Prockop and Fertala, 1998). Aşamalı oluşum ve molekülün sonundaki yarık, kollajen moleküllerininbirbirinin arkasına eklenmesiyle, alternatifli ve belirli aralıklarla tekrarlayan yarıklar ve örtüşen bölgeler meydana getirmektedir. Yarıklar arasındaki mesafe fibrilin hidrasyon derecesine bağlıdır. Hidrate fibrilde bu mesafe 67 nm iken hava kurutulmuş örneklerde 64 nm olmakta, 120oC de dehidrate edildiğinde ise 60 nm ye kadar düşmektedir (Wess and Orgel, 2000).

Fibrillerin dehidratasyonu, yapılarında ömenli değişimlere neden olmaktadır. Habelitz ve Ark (2002) dehidratasyonun üç grubun aksiyal tekrarlanma ritmini değiştirdiğini bildirmiştir.

### **2.2.2. Dental Adezyon**

Adezyon iki materyalin karşılıklı olarak birbirleriyle en yakın konumdaki bağlanma mekanizması olarak tanımlanabilmektedir. Adezyon sağlamak için kullanılan materyale ‘adeziv’, adezivin uygulandığı, bağlanılan yüzeye ise ‘aderent’ olarak adlandırılmaktadır. Yüzeyle adeziv uygulandığında iki farklı materyal, adeziv sayesinde birbirlerine bağlanır (Stangel ve ark. 2007). Adezyonu etkileyen 3 önemli faktör bulunmaktadır: (a) adezivin aderent yüzeyini ıslatabilmesi, (b) adeziv materyalin aderent yüzey ile yaptığı temas açısı ve (c) yüzey gerilim değeridir. Başarılı adezyon için aderent ıslanabilirliğinin iyi olması, adeziv sistemin temas açısının ise küçük olması gerekmektedir. Adeziv sistemin yüzey gerilim değeri, aderentin yüzey gerilim değerine eşit veya mümkünse daha az olmalıdır (Dayangaç 2000).

Diş minesi, insan vücudundaki dokular arasında mineralize olmuş en sert dokudur. Embriyolojik olarak ektoderm kökenli olan mine dokusu dişlerin anatomik kuronunu örter ve bulunduğu bölgeye göre yapısal değişiklikler gösterir. Minenin kimyasal yapısını %96-97’ sini inorganik, %1’ ini organik maddeler ve %2-3’ ünü de su oluşturur. Dokunun organik yapısının büyük bölümü, kalsiyum fosfat tuzlarından oluşurken, yapıda ayrıca magnezyum, karbonat ve sodyum, çinko, potasyum, kurşun, stronsiyum, molibden, demir, florid, selenyum, iridyum gibi eser elementler de yer alır. Minenin organik yapısını ise eriyik ve lifsel yapıdaki keratoprotein türü proteinler oluşturur. Her ne kadar yüksek mineral içeriği minenin çok sert olmasına ve aynı zamanda kırılğan olmasına sebep olsa da, anahtar deliği şeklindeki mine prizmaları

okluzal kuvvetlerin mineden dentine iletilmesini sağlayarak bütünlüğünü korumasına yardımcı olur. Adezyon proçesinde, asit uygulama sonrasında inorganik yapıdaki hidroksiapatit kristallerinin kısmen çözümlenmesi ile mikromekanik retansiyonun oluşumu, bağlanma için yüzey alanının genişlemesine ve kritik yüzey gerilim değeri (72 dynes/cm<sup>2</sup>) yükselmesine yol açarak, reçine ile kavite sınırındaki mine adaptasyonunu ve retansiyonu artırır ve kenar sızıntısının azalmasına katkıda bulunur (Antonio ve ark 2003). Asit uygulama, mine yüzeyinde yaklaşık 10µm derinliğinde mikro çukurcuklardan oluşan bir tabaka meydana getirir. Düşük viskoziteli reçine, asit uygulanmış mine yüzeyine uygulandığı zaman, mikro çukurcukların içine girerek burada polimerize olur. Böylece asitlenmiş mine dokusu ile reçine arasında mikromekanik bir bağlanma sağlanır.

Minenin homojen yapısından dolayı reçine ile bağlanması oldukça başarılı iken, dentinin kompleks histolojik yapısı ve değişiklik gösteren özellikleri bağlanmanın hem zor hem de daha düşük olmasına neden olmaktadır (Stavridakis ve ark 2005). Dentinin yaklaşık %50'si inorganik, %30'u organik materyalden, %20'si ise sudan oluşur. İnorganik yapının temelini organik matris içinde rastgele dizilmiş, ince iğne şeklinde ve boyutları mine dokusundakilerden daha küçük olan kalsiyum hidroksiapatit kristalleri oluşturur (Van Meerbeek ve ark. 1996). Dokuda hidroksiapatitin yanı sıra çeşitli kalsiyum fosfat tuzları, kalsiyum sülfatlar ve amorf kalsiyum fosfatlar da yer alır. Organik yapının yaklaşık %93'ü kollajen türü lifsel proteindir. Dentin dokusunda ayrıca florid, bakır, çinko, demir gibi iz elementler de bulunur.

Organik yapı oranının mineden daha fazla olması yapıdaki protein miktarının artmasına, bu artma da adezyon açısından önemli olan yüzey enerjisinin düşük olmasına neden olmaktadır (Van Meerbeek.1992). Mineye kıyasla daha yüksek protein içeren dentin, düşük bir yüzey enerjisine (44.8dynes/cm<sup>2</sup>) sahiptir (Qin ve Swain 2004). Dentin dokusunun su içeriğinin de fazla olması adezyon için zorluklar oluşturur. Bütün bunların yanı sıra pulpadan periferde doğru ışınal olarak yayılan dentin kanalları da yüksek geçirgenlik özelliklerinden ötürü adezyonu olumsuz etkilemektedir (Perdigão and Lopes 1999).

Dentin heterojen bir yapıdadır ve odontoblastların protoplazmik uzantılarının yer aldığı dentin tübülleri, peritübüler dentin, intertübüler dentin ve interglobuler dentinden oluşur. Dentin kanallarının boyutları mine dentin sınırında ve pulpa sınırında farklıdır. Dentin kanalları pulpa sınırında 2,5µm (derin dentin 2mm), pulpa ile mine-dentin sınırı

arasında 1,2µm (orta dentin 2-3 mm), mine-dentin sınırında ise 900 nm çapındadır (yüzeysel dentin 3 mm ve üstü) (Inoue ve ark. 2001a).

Dentin kanallarının etrafında daha iyi mineralize olmuş olan, çok az miktarda kollojen içeren peritubuler dentin, kanalların arasında ise daha az mineralize olan intertubuler dentin vardır. İntertubuler dentin peritubuler dentinden %40 daha az mineralizedir. Mineralize kristallerin oranı, organik kollojen matriks miktarı, tübüllerin içindeki dentin sıvısı, dentinin klinik ve biyolojik cevabını etkiler ve bu oranlar dentinin derinliğine, yaşa ve dişin travma geçmişi ile doğrudan ilgilidir (Summit ve ark. 2006).

Nakabayashi ve ark. (1982 ) asitleme ile dentin yüzeyinde mineralize dokuyu uzaklaştırmanın veya dentin kollajen matriksini açığa çıkarmanın dentin adezyonunu sağlamada etkili bir yöntem olduğunu belirterek reçine materyallerin dentin dokusu içerisine girmesi konusunda ilk defa görüş bildirmiştir. Fusayama (1993), asitlenmiş dentin yüzeyine bağlantının daha iyi olduğunu ve dentin dokusunun asitlenmesi gerektiğini öne sürmüştür. Smear tabakasının uzaklaştırılması, kollajen yapının açığa çıkarılması, dentin geçirgenliğinin artması ve apatit kristallerinin çözünmesi ile mikroporöz bir yüzey oluşturulur. Ayrıca asit uygulama sonrası aderentin yüzey enerjisi de artmaktadır (Pashley ve ark. 1993). Nakabayashi (1985) tarafından tanımlanan hibridizasyon teorisi dentine bağlanmanın temelini oluşturmaktadır. Asit ile yüzeysel dentinin demineralizasyonu sonucu kollajen ağın açığa çıkması fibrillerin içinde ve arasında mikro boşlukların oluşmasını sağlar. Düşük viskoziteli monomerlerin bu bölgeye uygulanması sonucu reçine ile dentinden oluşan bir difüzyon tabakası oluşur. Polimerizasyon sonucu karmaşık fibril ağı içerisine reçinenin girmesi sonucu oluşan bu iç içe girmiş dentin ve reçine tabakası 'hibrit tabaka' olarak isimlendirilir. Dentine mikromekanik olarak bağlanan hibrit tabakası günümüz dentin bonding sistemlerinin çoğunun bağlanma mekanizmasını oluşturmaktadır. Hibrit tabakasının formasyonu iki faktöre bağlıdır; (a) dentin yüzeyinin ıslanabilirliği ve (b) adeziv reçinenin primer uygulanmış dentin yüzeyine penetrasyonu. Hibrit tabakasının oluşumu, dentin ile restorasyon materyali arasındaki bağlantıyı sağlamakta ve dolayısıyla mikrosızıntıyı da azaltarak sekonder çürükleri önleyebilmektedir. Elastik modülü dentin ve kompozit materyali arasında olan hibrit tabakası kompozitlerin polimerizasyon büzülmesi esnasındaki kuvvetleri azaltarak restorasyonların marjinal uyumu ve retansiyon oranlarını arttırmaktadır (Pashley ve ark. 1993; Swift ve ark. 1995; Goracci 1996). Asitleme ile açığa çıkarılan kollajen liflerin tamamının primer ve adeziv reçine

uygulaması neticesinde desteklenememesi, bu kollajen liflerin hidrolizi ve uzun dönemde restorasyon kaybı ile sonuçlanabilmektedir (Pashley ve ark. 1993; Goracci 1996). Bugün bütün bu gelişmeler sayesinde adeziv dişhekimliği çağını yaşamaktayız. Black tekniği ile yapılan restoratif materyaller için geliştirilmiş makromekanik tutuculuk prensiplerine dayalı geniş kavite preperasyonları ve koruma amaçlı genişletme yöntemleri yerini küçük kavite preperasyonlarına ve daha konservatif restoratif tekniklere dayalı mikromekanik adezyona bırakmıştır (Van Meerbeck ve ark. 1996; Van Meerbeck ve ark. 1998).

### **2.2.3. Dentin Bağlayıcı Sistemlerin Sınıflandırılması**

Günümüzde dentin bağlayıcı sistemlerin bir çok sınıflaması olmasına rağmen kullanım şekillerini temel alınarak Van Merbeck ve ark. (1998) yaptıkları sınıflama en kolay anlaşılır sınıflamadır. Buna göre dentin bağlayıcılar üç sınıfta incelenmektedir:

(1) “total etch” sistemler, (2) “self etch “ sistemler ve (3) cam iyonomer bağlayıcı sistemler.

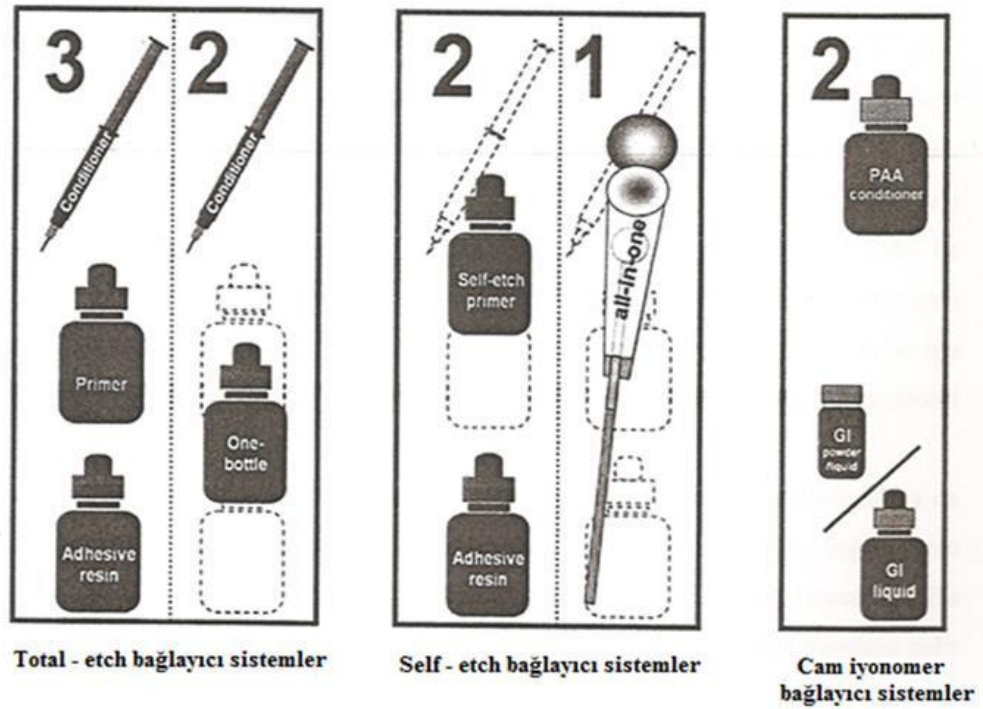
#### **2.2.3.1. Total-Etch Sistemler**

##### **Etch-rinse (total-etch) adeziv sistemler**

İki veya üç basamaklı olarak adlandırılan etch-rinse adeziv sistemler, diş yüzeyinin çoğunlukla fosforik asitle (%30- 40) asitlenmesinden sonra hidrofilik monomer ve hidrofobik reçinenin ayrı ayrı veya organik solvent içeren primer/bondingin beraber uygulandığı sistemlerdir (Inoue ve ark. 2001b; De Munck ve ark 2005; Reis ve ark. 2003). İki ya da üç aşamalı bağlayıcılar benzer adezyon mekanizmaları ile diş sert dokularına tutunurlar. Kavite preperasyonları sırasında yaklaşık 0,5–2 µm kalınlığında debris, denatüre kollajen, hidroksiapatit ve mikroorganizmalardan meydana gelen smear tabakası ve dentin tübülleri içerisinde 1–3µm derinliğinde smear tıkaçları oluşmaktadır (Van Meerbeck ve ark. 1996; Jacques ve ark. 2005). Smear tabakası kavite preperasyonunun yerine ve şekline göre 0.5–2.0 µm kalınlığında olan ve içerdiği hidroksiapatit yapısında bulunan kollajen ve fosfat nedeniyle tampon vazifesi gören bir yapıdır (Nakabayashi ve ark. 1998). Smear tabakası pulpa dokusunu koruyan bir bariyer görevi görmesine karşın ağız sıvılarında 7 gün içerisinde çözünmesinden dolayı bu etkisi geçicidir (Nakabayashi ve ark. 1998;



Bouillaguet ve ark. 1998; Hume ve ark.1994) Smear tabakasının dentine 5 MPa gibi zayıf kuvvet ile bağlandığından ve genellikle mikroorganizmalar ile kontamine olduğundan pürüzlendirmesi ve adeziv bağlayıcı ajan uygulamalarından önce uzaklaştırılması gerekmektedir (Hosoya ve ark 1994; Marshall ve ark.1997). Kullanılan asit tipine, konsantrasyonuna ve uygulama süresine bağlı olarak mine dokusu yüzeyinden yaklaşık 10 µm bir tabaka kalkar ve 5-50 µm derinliğinde porlar meydana gelir, dentin dokusunda ise smear tabakası ile tıkaçları tamamen ortadan kalkar, dentin kanallarının ağzı V şeklinde açılır. Açığa çıkmış bu kollajen fibriller mikro tutucu bir ağ yapısı oluşturur, reçinenin bu ağa diffüze olması ile mikromekanik bağlanma meydana gelir (Marshall ve ark.1997).



**Şekil 2-1:Modern dentin bağlayıcı sistemlerin sınıflandırılması (Van Meerbeek ve ark. 1998).**

Smear tabakasının altındaki dentinde 7,5 µm'ye kadar demineralizasyon meydana gelir, kollajen ağı açığa çıkararak minedeki gibi mikromekanik adezyona elverişli bir yapı oluşur (Abdalla ve ark. 1998). Dentinin monomerlerin penetre olabileceği alandan daha çok demineralize olması desteksiz kollojenin yıkımına sebep olmaktadır (Swift, 1994).

En kritik aşama dentinin ıslanabilirliğini arttıran primer uygulamasıdır. Primerlerin uygulama amacı hidrofilik yapıdaki dentin yüzeyinde açığa çıkmış olan kollojen ağna adezivin etkin bir şekilde penetre olabileceği hidrofobik bir yapı haline getirmektir (Van Meerbeek 1998). Dentin bağlayıcı ve primer birlikte polimerize olarak kollajen lifler ve reçineden oluşan bir tabaka meydana getirirler. Bu tabaka ilk defa 1982 yılında

Nakabayashi ve arkadaşları tarafından ‘hibrid tabaka’ olarak tanımlanmıştır (Edward ve ark. 2002). Oluşan bu tabaka 2–4 µm kalınlığında ve ne tam olarak reçine ne de diş yapısındadır. Dentinin kollajen matriksi içersine infiltre olmuş reçine monomerlerden oluşan hibrid tabaka sert dokunun fiziksel ve kimyasal yapısını değiştirmektedir

(Nakabayashi ve Pasley 1998). Dentin kollojen fibrillerinin içindeki suyun sırasıyla azalması veya artması kollojen fibrillerin büzülmesine veya genişlemesine sebep olur

(Nakabayashi ve ark. 1982). Bunun sonucunda monomerlerin infiltrasyonu zayıflar. Bu durum hibrit tabakasının güçlü, aside ve hidrolitik degradasyona dayanıklı olmasını engeller. Yüzeysel dentin ve derin dentin arasında; aksiyal, pulpal ve gingival duvarlarda homojen bir nemlilik elde etmek imkansızdır (Fogel ve ark. 1998; Tagami ve ark. 1989; Özok ve ark. 2002), özellikle smear tabakasının kaldırılmasından sonra derin dentindeki nem çok yoğundur (Itthagarun ve Tay 2000). Bu nedenlerden ötürü 3 basamaklı etch-rinse tekniğinin post-operatif ve teknik hassasiyeti dolayısıyla daha basitleştirilmiş 2 basamaklı etch&rinse sistemleri öne çıkmıştır. Bu sistemlerde primer ve adeziv tek şişede yer almaktadır. Bu yapılar, asitleme işleminden sonraki hidrofilik monomerlerin, hidrofobik reçinenin ve organik solventin bir komponent olması ile oluşur (Şekil 1)(Reis ve ark. 2003).

Total-etch sistemler, smear tabakasını tamamen ortadan kaldırıp, yüzeysel dentinde demineralizasyon meydana getirerek sadece mikromekanik adezyonla bağlanmayı sağlar, başka bir deyişle dentine bağlanma mekanizmaları esas olarak difüzyon temeline dayanmaktadır. İki ya da üç aşamalı total-etch adeziv sistemlerin dentine bağlanma mekanizmaları birbirine benzer şekilde olmaktadır. Dentinin fosforik asitle dağlanması kollajen ağını açığa çıkartmakta ve hemen hemen bütün hidroksiapatitleri ortamdan uzaklaştırmaktadır (Van Meerbeek ve ark. 1996).

### **2.2.3.2. Self-Etch Adeziv Sistemler**

Yıkama gerektirmeyen asidik reçine monomerlerin kullanılması ile asitle pürüzlendirme ve primer ajanın aynı aşamada uygulandığı sistemlere ‘self etch

adezivler' denilmektedir (Van Meerbeek 1996). Self-etch adeziv konsepti ilk kez 1990'lı yılların başında Scotchbond 2 (3M, Dental Product Division, St.Paul, USA) nin piyasaya sunulması ile başlamıştır. Fakat bu sistem, sadece dentine uygulanmak üzere tasarlandığı için mineye uygulanmasında ayrı bir asitleme safhası gerektiriyordu.

Self-etch adeziv sistemler, smear tabakasını asidik monomerler ile çözerek yada modifiye ederek adezyon proçesine katılmakta ve yüzeysel dentindeki kalsiyum ile de kimyasal bağlanma sağlayabilmektedir (Van Meerbeek ve ark. 2003b). Self-etch sistemler ile sağlanan demineralizasyon derinliği, asidik monomerlerin tipine, konsantrasyonuna, uygulama süresine ve dentinin yapısına bağlıdır. Ko-monomerlerin asitlenmiş mine yada dentin kanalları ile intertübüler dentin içine difüzyonu sonucu, reçine uzantıları oluşumu ile, hibrit tabaka meydana gelmektedir (Nakabayashi ve ark. 1982). Bu sistemde amaçlanan, smear tabakasını bağlantı substratı olarak kullanarak hibrit tabakaya dahil etmektir (Tay ve Pashley 2001). Self etch primerler, asiditelerine bağlı olarak smear tabakasına 2 µm kadar penetre olabilmektedirler (Perdigao ve Lopes 1999). Ancak primerin asiditesi, smear tabakasının mineral bileşikleri tarafından tamponlanabilir ya da smear tabakası çok kalın olduğunda penetre olamayabilir (Hume 1994, Tay ve Pashley 2001). Smear tabakasını modifiye eden bu adezivler, smear tabakasının pulpayı koruyan, bakteri invazyonunu önleyen ve bağlantı kuvvetlerini azaltabilen dentinal sıvı akışını önleyen doğal bir bariyer sağlaması fikrinden ortaya çıkmıştır (Van Meerbeck 1998).

Self etch adezivler ayrı bir yıkama aşaması gerektirmediğinden çalışma zamanını kısalttığı gibi uygulama sırasında oluşabilecek hatayı da en aza indirmektedir (De Munck ve ark. 2005). Bununla birlikte self etch adezivler, total etch sistemlerde asitle pürüzlendirme sonrası az yıkama yapıldığında kalan asidin dentini aşırı pürüzlendirmesini, yıkama sırasında oluşabilecek tükürük kontaminasyonunu ve kurutma sırasında dentinin aşırı kurutulmasıyla kollajen ağının çökmesi ve böylece işlem sonrası hassasiyet ve bağlantı kuvvetlerinin düşmesi risklerini de ortadan kaldırmaktadır (Jacques ve Hebling 2005).

Self etch adezivler ile klinik uygulamanın kolaylaşmasının yanında dentinin yüzeysel demineralizasyonu ve dokuda polimerize olabilen monomerlerin penetrasyonunun eş zamanlı ve aynı derinlikte olması sağlanır ve böylece dentin ile adeziv reçinein devamlılık göstermesi sağlanmaktadır (Telles ve ark. 2001).

Günümüzde sık kullanılan self-etch adeziv sistemler iki basamaklı olanlardır. Dentin ve mine yüzeyinin self-etch primer ile düzenlenmesini takiben adeziv reçinenin uygulanması şeklinde kullanılır. Son yıllarda, piyasalara “all-in-one” veya tek aşamalı self-etch sistemler olarak isimlendirilen, asit, primer ve adeziv reçine uygulama basamaklarının birleştirildiği sistemler de sunulmaktadır. Self etch sistemlerde kollajen ağın bütünlüğü ve doku ile reçinein devamlılığı amaçlanmış olsa da bağlantı kuvvetleri asitle pürüzlendirme yapılan total etch tekniğe göre daha düşük bulunmuştur (Cardoso ve ark. 1998).

### 2.2.3.3. Cam İyonomer Adezivler

Cam iyonomer restoratif materyaller, halen diş dokularına bir aracı madde gerektirmeden kimyasal olarak bağlanabilen tek materyal olma özelliklerini korumaktadırlar (Yoshida ve ark.2000). Restoratif materyalin kaviteye uygulanmasından önce diş yüzeyinin polialkenoik asitle silinmesi ile smear tabakasının ortadan kalkarak 0.5–1 µm’ lik bölgede yüzeyel bir demineralizasyon meydana gelmesi ve kollajen ağın açığa çıkması sağlanmış olur (Inoue ve ark. 2001a). Cam iyonomer bileşenlerinin de bu alana penetrasyonu ile “mikromekanik” bir bağlanma gerçekleşir (Van Meerbeek ve ark. 2001).

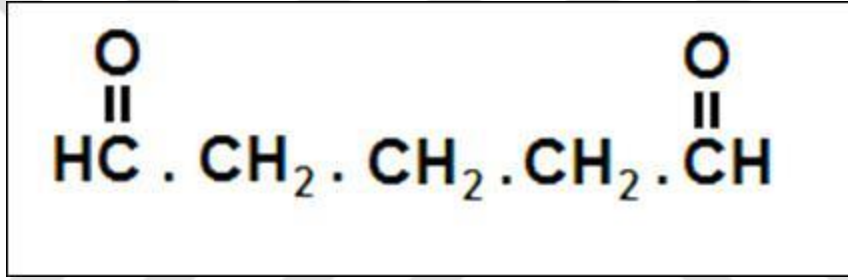
Diş yüzeyinde oluşan demineralizasyon sonrasında hidroksiapatit kristalleri kollajen ağdan tamamen ayrılmaz. Bu sayede kollajen ağ üzerinde kalan hidroksiapatit kristallerine ait kalsiyum iyonu ile polialkenoik asit içerisindeki karboksil grupları arasında oluşan iyonik bağlar sayesinde “kimyasal bağlanma” da gerçekleşir (Yoshida ve ark. 2000). Bu ek kimyasal bağlanma hidrolitik degradasyona karşı bir direnç oluşturmaktadır. Sonuç olarak, zayıf asit self-etch adezivlerde olduğu gibi iki yönlü bir bağlantı elde edilmiş olunur. Reçine bazlı self-etch adezivlerle cam iyonomer simanlar arasındaki temel farklılık, cam iyonomerlerin yüksek moleküler ağırlıklı polikarboksilik polimerler ile pürüzlendirme yapmalarıdır. Bu durum cam iyonomerler simanların infiltrasyon kapasitelerini sınırlamakta ve yüzeysel bir hibrit tabaka oluşmasına neden olmaktadır. Ayrıca yüksek moleküler ağırlıkları nedeniyle, fosforik asit gibi derin bir demineralizasyon sağlayan yüzey hazırlayıcılarla muamele edilen dentine de infiltrat olamazlar. Dolayısı ile bu tip agresif pürüzlendiricilerin cam iyonomerle kullanılması önerilmemektedir (Yoshida ve ark. 2000).

### 2.3. Kollajen çapraz bağlayıcı ajanlar

Günümüzdeki adesiv sistemler dentin ile hibrit tabakanın oluşumuna dayanan mikro mekanik bir bağlantı kurarlar. Hibrit tabaka bir kollajen-reçine ara yüzüdür ve restorasyonun en dayanıksız bölgesidir. Bu ara yüze gelen stresler restorasyonda başarısızlığına neden olmaktadır. Bu nedenle, adesiv restorasyonların başarısı için güvenilir uzun süreli bağlantı şarttır. Dentin/reçine ara yüz özelliklerini artırmak için çeşitli kolajen çapraz bağlayıcılar kullanılmıştır. Tip 1 kollajen, çeşitli gerilimlere maruz kalan organ ve dokularda şekil ve bağlayıcılık sağlar. Biyolojik dokulardaki kollajen, doğal çapraz bağlarla güçlendirilmiştir. Kollajen çapraz bağları, mekanik kuvvetlere mukavemet özelliklerini artırmanın yanı sıra enzimatik bozulmalara karşı fibrillerin dayanıklılığını da artırmaktadır. Birçok sentetik ve doğal kimyasal madde, intermoleküler ve intramoleküler kollajen çapraz bağlarının sayısını artırma yeteneğine sahiptir. Bazı kollajen çapraz bağlanma ajanlarının demineralize olmuş dentinde çekme gerilimlerine dayanıklılığını artırdığı ve kollajen çapraz bağlarının sayısını etkilediği belirtilmiştir (Bedran-Russo AK ve ark 2007).Dentin, %70 (ağırlıkça) mineral, %20 organik bileşik ve %10 suyun oluşturduğu kompleks bir bileşimdir ve dişin önemli bir kısmını oluşturur. Organik matriksin %90 lık kısmını tip 1 kolajen oluştururken, kalan %10 luk kısım fosfoprotein ve proteoglikan gibi kollajen olmayan proteinlerden oluşur. Gluteraldehit (GD) ve proantosiyanidin (PA) maddeleri sentetik ve doğal kollajen çapraz bağlayıcı ajanlara birer örnektir. GD, genellikle biyolojik dokularda fiksatif olarak kullanılmaktadır ve çeşitli biyolojik dokuların mekanik özelliklerini etkilediği ortaya konmuştur (Ritter AV ve ark 2001).PA, çeşitli meyve, sebze, fındık, tohum, çiçek ve kabuktan süzülerek elde edilebilir. Çalışmalarda, PA nın düşük konsantrasyonları kullanılmış ve biyolojik dokuların mekanik ve kimyasal özelliklerinde meydana getirdiği değişimler incelenmiştir (Han B ve ark 2003).Gıda maddesi olarak erişim kolaylığı ve çeşitli tıp alanlarında potansiyel kullanımından dolayı son zamanlarda gösterilen ilgi artmıştır. Dental restorasyon aşamaları süresince; mine ve dentin, primer/adeziv sistem uygulaması sırasında veya uygulama beraberinde asitle dağlanmaktadır. Dentinde, asitle dağlama sırasında peritübüler dentin çözünür ve mineral tabaka ortadan kalkarken bonding aşaması için gerekli olan kollajen ve kollajen olmayan proteinler ortaya çıkar. Adeziv reçine, kollajen fibrilleri sararak mikromekanik tutuculuk sağlar.

### 2.3.1. Glutaraldehit(GD)

Sentetik bir bağlantı ajandır ve genellikle fiksatif olarak kullanılır. Bu maddenin çeşitli kollajen bazlı dokuların mekanik özelliklerini geliştirdiği bildirilmiştir (Cheung DT ve ark 1985).Glutaraldehit aktif madde olarak Glutaraldehit bazlı renksiz, berrak sulu çözeltilerdir. Protectol GA % 50 Glutaraldehit'in, GA % 24 Glutaraldehit'in aktif içeriğine sahiptir. Tavsiye edilen depolama şartlarında, çözelitler en az 6 ay raf ömrüne sahiptir. Suda sınırsız çözünür. Antimikrobiyal aktivite: Glutaraldehit ürünleri gram pozitif ve gram negatif bakteri içeren endüstriyel ürünlerde çoğunlukla bozunmuş organizmalar olarak bulunan mantarsal organizmaların geniş bir aralığına karşı aktif olarak üstün etkili antimikrobiyal ajanlardır.Glutaraldehitin kimyasal yapısı.(Şekil 2-2)'de görülmektedir



**Şekil 2-2:Glutaraldehitin kimyasal yapısı (Sung ve Diğ., 2000).**

#### 2.3.1.1. Çözünürlük, stabilite, uygunluk

Protectol GA 50 /GA 24 suda ve alkoller ve glikoller gibi organik çözücülerin geniş bir aralığında çözünür. Bu Protectol GA 50 / GA 24'ün su bazlı sistemlerin çoğunda kapsamlı olarak kullanımına, ve kirlilik topluluğuna max. Etkisine imkan verir. Glutaraldehit, endüstriyel uygulamalarda normal proses ve formülasyon şartları altında optimum kararlılık gösterir. Koruma yapabileceği ideal pH: 4-7 arasındadır. pH 7'nin üzerinde ve yüksek sıcaklıkta (> 40 oC) kararlılık azalır.

Endüstriyel formüle edilmiş ürünlerde kullanılan hammaddelerin yaygın bir aralığıyla uyum içerisindedir. Aslında diğer mikrobiyallerle, güçlü indirgen ve oksitleyici edici ajanlar onu etkisiz yapılabilir.

#### 2.3.1.2. Önerilen doz oranları

Su bazlı çözeltilerin ve süspansiyon konsantreleri ve emülsiyonlarının üretimi sırasında bozulmaya neden olan bakterilerin çoğalmasını durdurmak için, final

formülasyon hacmi temelinde 100-500 ppm aralığında dozajlanmalıdır. Ayrıca uzun dönem bir koruyucunun ilavesi için, bozulmuş alkali sitemlerde preparattaki mikroorganizma kirliliğinin taşınması için kullanılabilir.

### **2.3.1.3. Güvenlik özellikleri**

Glutaraldehit yutulduğunda ve solunduğunda toksiktir ve cilt, gözleri tahriş eder. Cilt hassasiyetine sebep olabilir ve Avrupa’da solunumla ilgili hassasiyet yapıcı olarak sınıflandırılmıştır. Glutaraldehit teratojenik veya kanserojenik değildir. Hayvanlar üzerindeki çalışmalarda mutajenik olmadığı görülmüştür. Çevrede hızlı bir şekilde biyolojik olarak bozunur ve düşük biyobirikim potansiyeline sahiptir. Normal kullanım koşullarında hem atık su arıtma tesislerinde hem de atık su karışan çevrede soruna yol açmaz. Glutaraldehit balıklara zararlıdır ve alglere zehirli etki gösterir.

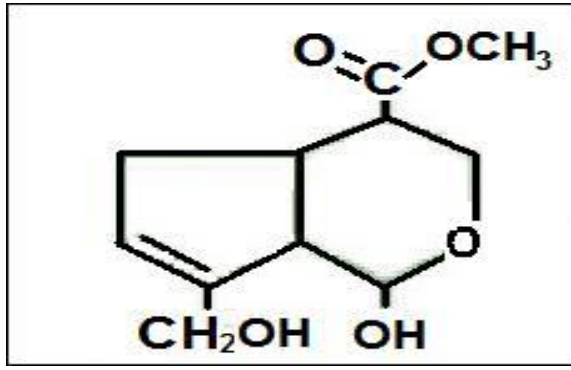
### **2.3.2. Proantosiyanidin(PAs)**

Proantosiyanidin üzüm tohumu, kakao tozu, kızılıçık, fındık ağacı yaprağı gibi doğal kaynaklarda oldukça yüksek miktarda bulunan güçlü bir antioksidan, antibakteriyel, antikaryojenik ve antienflamatuar ajandır. PAs hidroksil uca sahiptir, bu uç serbest radikallere bağlanır ve onları temizler. Ayrıca C vitamini gibi diğer antioksidanların bağlandığı serbest radikalleri uzaklaştırarak bu ajanları yeniden serbest radikale bağlanacak hale getirir (Manimaran VS ve ark. 2011). Antioksidan etkinliğinin yanında dentini modifiye ederek mekanik özelliklerini arttırabilir. Proantosiyanidin tip 1 kollajen fibrillerin çapraz bağlantısını arttırır ve onları stabilize eder. Bu şekilde dentinin sertliği artar, elastisite modülü azalır. Reçine-dentin ara yüzünün mekanik özelliklerini arttırır. Dolayısıyla hibrit tabakanın dayanıklılığı ve stabilitesi artar (Bedran-Russo AK ve ark. 2007; Bedran-Russo AK ve ark. 2011; DosSantos PH ve ark. 2011). Dis çürüğü durumunda demineralizasyon oluşur ve açığa çıkan kollajenler bakterilerin proteaz enzimleri tarafından yıkılır. Proantosiyanidin proteaz enzimine karşı inhibitör etki gösterdiği için çürük önleyici bir etkiye sahiptir. Yani proantosiyanidin çürük önleyici etkisi antibakteriyel özelliğinden daha çok kollajenin enzimatik yıkımına karşı daha dirençli hala getirmesine dayanır (Walter R ve ark. 2008).

### 2.3.3. Genipin(GP)

Genipin, geniposidin hidrolitik bir ürünü olan aglikon türevidir ve *Gardenia jasminoides* Ellis bitkisinin meyvelerinden elde edilmektedir. Genipinin kimyasal yapısı (Şekil 2.3) görülmektedir. Geleneksel Çin tıbbında tip 2 diabet semptomlarını yatıştırmak, baş ağrısı, enflamasyon ve hepatik bozuklukları tedavi etmek için ve Doğu Asya yemek endüstrisinde renklendirici (mavi renk) olarak kullanılmıştır. Anti-enflamatuvar ve anti-anjiogenez özelliklerinin yanında lipid peroksidasyonu ve nitrik oksid üretimini engeller. Genipin doğal bir çapraz bağlantı ajanıdır ve kolajen, jelatin, protein ve kitozanın çapraz bağlantısında kullanılmaktadır. Genipin, biyo uyumluluğu ve stabil ve biyoyumlu çapraz bağlantıları yaratabilmesi nedeniyle biomedical uygulamalarda çapraz bağlanma ajanı olarak kullanılmaya başlanmıştır. Bioprotez gibi biyolojik dokuların fiksasyonunda çapraz bağlanma ajanı olarak mükemmel sonuçlar vermiştir. Genipin serbest amino gruplarının lizin, hidroksilizin ve arginine ile çapraz bağlantısını teşvik eder aynı zamanda kollajenler moleküler çapraz bağlantılar oluşturur. Kollajen dokusunda genipinin çapraz bağlantı reaksiyonları siklik gruplarca sağlanır. Diğer doğal oluşan biyoyumlu çapraz bağlantı ajanlarının yanında genipin de artiküler kıkırdak doku mühendisliği, kitozan kombinasyonları ile birlikte oftalmik implantlar, dişhemimliği, sinir rejenerasyonu uygulamaları gibi biomedikal uygulamalar arasında yerini almıştır ve diğer çapraz bağlantı ajanlarına göre avantaj sağladığını göstermiştir. Doğal olarak elde edilebilen bir maddedir ve kovalent bağlantı sayesinde biyolojik dokularda ve biopolimerlerde mükemmel çapraz bağlanma özellikleri gösterir. Polimerlerde görülen bağlantılar arasında bir polimer ile bir diğerinin bağlantısına çapraz bağlantı adı verilmektedir. Fakat, fiziksel çaprazbağlantı van der Waals bağlantıları, hidrojen bağlantıları, stereo kompleks oluşumlar ve iyonik etkileşimler ile oluşur. Polimerlerin çapraz bağlantısının bir etkisi olarak polimerin yaklaşması inhibe olur ve kristalin alanlarının oluşumu engellenir. Genipin çapraz bağlantılar kitozan, belirli peptidler ve polipeptidler gibi primer amine gruplarından oluşan polimerik materyallerde çapraz bağlantılı kovalent örgüler olarak görülebilir.





**Şekil 2.3. Genipinin kimyasal yapısı (Yuan ve Diğ., 2007).**

### 2.3.3.1. Çeşitli ilaç iletim sistemlerinde genipin çaprazbağlantısı.

Çapraz bağlantı için sık kullanılan kimyasallar fizyolojik toksisite riski taşırlar fakat bu etkinin üstesinden genipin yardımıyla gelinebilir. Bu avantaj akılda tutularak genipin çapraz bağlantılı kitozan filmler üretilmiştir. Üretilen filmler mavi renkte, artmış elastisite, stabilite ve gelişmiş mekanik özellikler göstermiş. Gardeniae fructus enflamatuvar hastalıkların tedavisinde etkili bir ilaç olarak kullanılmıştır.

Genipin çapraz bağlantısının yoğunluğu ve ilaç difüzyonu ilacın hızlı salınım özelliğini etkileyen anahtar faktörlerdir. Genipin çapraz bağlantısının bağırsak sistemine bir protein ilacın iletilmesinde uygun bir polimerik taşıyıcı olabileceğini savunmuştur. İlaç olarak beta-karoten, hidrojel olarak ise K-carrageenan/sodium karboksimetil selülozun kullanıldığı kontrollü ilaç iletim sistemi modeli Hezaveh H et al. tarafından çalışmıştır. Çeşitli deneylerin sonuçlarına göre mikroküre formülasyonlarının kontrollü ilaç salınımı uygulamaları için genipin doğal ve non-toksik bir çaprazbağlantı ajandır. İşlenmiş mikroorganizmaların kullanılabilirdiği oral terapiler çeşitli hastalık tedavilerinde umut verici sonuçlar göstermiştir. Genipin çapraz bağlantılı mikrokürelerin şişme çapında artış gözlenmiştir. Yapılan hayvan çalışmaları sonuçları ise genipin çapraz bağlantılı mikrokürelerin getirdiği enflamatuvar reaksiyonların anlamlı ölçüde az olduğunu göstermiş ve genipinin üstünlüğünü kanıtlamıştır. Genipin çapraz bağlantılı mikroküreler intramüsküler uygulamalarda ilaç taşıma sistemi olarak kullanılabilir.

### 2.3.3.2. Oftalmik ilaç iletiminde genipin çaprazbağlantılı kitozan-jelatin jel.

Göz içine timolol maleat yollamak için jelatin ve kitozan kombinasyonundan oluşan bir formül hazırlanmış ve genipin çapraz bağlantısında kullanılmıştır. Bu formülün ilacın kontrollü salınımında kesinlikle güvenli bir yol olduğu gösterilmiştir.

Çapraz bağlantı ajanlarının kontrollü ilaç iletiminde kullanımı yeni bir konsept değildir ve doğal materyallerin bu amaç doğrultusunda kullanımı, kimyasal maddelerin kullanımına göre sayısız avantaj ve fayda sağlamaktadır. Yararlı bir kontrollü ilaç iletim sisteminde çapraz bağlantı ajanının ve çapraz bağlantı derecesinin seçimi özellikle önemlidir. Genipin, doğal, suda çözünebilen madde olarak bi-fonksiyonel karakteristikler içeren ve üstün uyumluluğu sayesinde farklı kontrollü ilaç iletim sistemlerinde ajan olarak fayda sağlamaktadır.

#### **2.4. Bağlanma Dayanımı Testleri**

Bağlanma dayanımı testleri, bir restoratif materyalin mine ve/veya dentin ile bağlanabilme kabiliyetini değerlendirmek amacıyla gerçekleştirilmektedir. Böylece adeziv sistemlerin ağızdaki performansları önceden tahmin edilebilir (El Zohairy ve ark 2003). Günümüz diş hekimliğinde kompozit restorasyonlar ile birlikte kullanılan adeziv sistemlerin gelişen özellikleri, diş ile restorasyon arasındaki bağlantıyı güçlendirerek mikrosızıntıyı azaltmaktadır (Pashley ve ark. 1995, Pashley ve ark. 1997). Bağlayıcı ajan sistemlerinin geliştirilmesindeki en önemli neden, diş sert dokuları ile restoratif materyal arasında kabul edilebilir düzeyde bağlanma kuvvetlerini elde edebilmektedir. Adeziv sistemlerin etkinliği araştırılırken bağlanma dayanımı testleri klinik testlerle desteklenmeli, dentin /mine yüzeyinin adeziv sistemlerle ilişkileri ultramorfolojik analizlerle değerlendirilmelidir (Kato ve ark. 1996, Soderholm 1991). Bu nedenle materyallerin fiziksel özelliklerinin değerlendirilmesinde bağlanma kuvvetinin ölçümü önemli yer tutmaktadır (ISO TR 11405 1994). Gelişmiş bağlayıcı ajan sistemlerinde restoratif materyalin mine veya dentine bağlanma etkisinin değerlendirilmesi büyük önem taşımaktadır (Pashley ve ark. 1995). Adeziv sistemlerin klinik çalışmalarla değerlendirilmesi hem pahalı hem de zaman alıcıdır. Aynı zamanda klinik değerlendirmelerde standardizasyonu sağlamak oldukça zordur (Oilo 1993). Adezyon konusundaki sürekli gelişim, hızla yeni materyal üretimini sağlamakta olduğundan üreticiler laboratuvar (in vitro) çalışmaları yapmayı tercih etmektedirler (Altay ve ark 2002, Tanumiharja ve ark. 2000). Her yıl birçok yeni adeziv sistem piyasaya sürülmekte ve laboratuvar testleri bunların etkinliğinin göstergesi olmaktadır. Klinik çalışmalar 1–3 yıl gibi uzun süre aldığından klinik araştırmalar sonuçlanmadan, ürünün içeriği firmalar tarafından değiştirilebilmektedir. Bu nedenlerden dolayı in vitro testler deneysel ve ticari dentin adeziv sistemlerin etkinliğinin değerlendirilmesinde önemli yer tutmaktadır

(Van Meerbeck ve ark. 1998; Van Meerbeck ve ark. 2003b). Ayrıca bağlayıcı ajanların mekanik özelliklerinin bilinmesi bu ajanların kullanım şekillerinin doğru belirlenmesine ve uzun dönem performanslarının tahmin edilmesine olanak sağlamaktadır (Van Meerbeck ve ark. 2003b). Bu amaçla dental literatürde kompozit reçinelerin bağlanma dayanımlarının ölçümünde başta makaslama (shear), gerilim (tensile) ve mikro gerilim (microtensile) bağlantı kuvveti testleri olmak üzere birçok in vitro metod kullanılmaktadır (Oilo 1993; Coelho ve ark. 2004) Bu çalışmalar aynı parametreleri ve yeni materyalleri karşılaştırabilmek amacı ile çok etkili yöntemlerdir (Fritz ve ark 1996). Bağlanma dayanımı testlerinde elde edilen sonuçlar hazırlanan örneğin şekli, yüzey alanının büyüklüğü, kompozit gibi parametreler nedeniyle farklılık gösterebilir (Van Meerbeck 2003a).

#### **2.4.1.1. Makaslama Bağlantı Dayanım Testi (Shear Bond Strength Test)**

Dentin/mine ye bağlanmanın ölçümü için uzun dönem makaslama bağlanma dayanımı testi kullanılmıştır. Diş ile restoratif materyalin bağlantı ara yüzeyine paralel yönde ve sabit artışla kuvvet uygulanması esasına dayalı bir in vitro deney testidir. Makaslama dayanımı testinde, çekilmiş dişlerde düz yüzeyler oluşturulduktan sonra üzerine adezivle kompozit reçine blok uygulanır. Kompozit reçine ara yüzeyine genellikle bıçak ucu şeklinde “prob” yardımı ile makaslama kuvveti uygulanarak kırıldığı andaki kuvvet belirlenir (Roberson ve ark 2002). Fakat daha sonraki yıllarda dentin adezivlerinin etkinliğinin değerlendirilmesinde bu metodun yeterince hassas olmadığı bildirilmiştir (Versluis ve ark.1997).

Bağlanma kuvveti çalışmalarında en sık kullanılan yöntem makaslama bağlantı dayanım testi olmuştur. Bu testin sık kullanılmasının sebebi örnek hazırlanmasının kolay olması ve klinik ortamdaki yük dağılımını iyi bir şekilde yansıtabilmesidir. Ancak, sık kullanılmalarına rağmen ara yüzde oluşturduğu homojen olmayan stres dağılımından dolayı güvenilirliği tartışmalıdır. (Chadwick ve ark 1998, Filho ve ark 2004) Çeşitli araştırmalar ‘shear’ bağlanma testi sonrası başarısızlık tipinin, ara yüzde adeziv başarısızlığın yerine daha çok yarıştıran materyaller içinde koheziv başarısızlık şeklinde olduğunu göstermiştir (Chadwick ve ark 1998). Makaslama testlerinde kırılma paternleri çok düşük kopma değerlerinde bile kohesiv karakter taşıdığından son dönemlerde tercih edilen bir bağlantı kuvveti ölçümü metodu olmamaktan uzaklaşmıştır.

#### **2.4.1.2. Gerilim Bağlantı Dayanım Testi (Tensile Bond Strength Test)**

Restoratif materyal ile diş ara yüzeyine dik ve sabit hızla kuvvet uygulanmasını kapsayan in vitro bir test metodudur. Bu test yöntemi 3mm<sup>2</sup> ve/veya daha büyük alanlardaki ölçümler için kullanılmakta olup; araştırmacılar test edilen dentin yüzey alanının geniş olmasının anormal stres dağılımına ve materyal içinde kohesiv kopmalara neden olabileceğini belirtmişlerdir. (Van Meerbeek 2010; Della Bona ve Van Noort 1995; Filho ve ark 2004). Ancak bu testin sonuçları, yükleme sırasında meydana gelen homojen olmayan stres dağılımından ve örneğin geometrisinden fazlasıyla etkilenmektedir (El Zohairy ve ark 2003).

Geleneksel makaslama ve gerilim testlerinde bağlanma kuvvetleri 20MPa' dan daha fazla değerlere ulaştığında dentin yapısında koheziv kırıklar olduğundan bu testlerin yüksek bağlanma değerlerini ölçmekte yetersiz kaldığı bildirilmiştir (Cardoso ve ark.1998, Versluis ve ark.1997).

Makaslama ve gerilim testlerinde bu sayılan dezavantajların zaman içerisinde anlaşılması araştırmacıları daha hassas test metotları geliştirmeye zorlamıştır. Böylece geliştirilen mikro gerilim ve mikromakaslama testleri ile bağlayıcı ajan sistemlerinin fiziksel özellikleri gerçeğe daha yakın bir şekilde ölçülebilmektedir (Versluis ve ark. 1997).

#### **2.4.1.3. Mikro Gerilim Bağlantı Dayanım Testi (Microtensile Bond Strength Test)**

Yüksek bağlanma kuvvetine sahip adeziv sistemlerin ayrımının yapılabilmesi için Sano ve ark. (1994) mikro-gerilim test sistemini geliştirmişlerdir. Günümüzde bağlanma dayanımının ölçümünde kullanılan en güvenilir metot sayılmaktadır. Mikrotensile test yöntemi ile klinik şartları en iyi şekilde taklit edecek örnekler hazırlanıp test edilebilmektedir (Sano ve ark. 1994, Nakajima ve ark.1995, Yoshiyama ve ark. 1996).

Mikrotensile test yöntemi; test edilecek örneğin bağlantı yüzeyinden düşük hızda çalışan elmas separe ile yaklaşık 1 mm<sup>2</sup> yüzey alanına sahip kesitler alınıp, bu kesitlerin siyanoakrilat adeziv ile mikrotensile test cihazına bağlanarak 1 mm/dk gerilim kuvveti uygulanmasıdır (Sano ve ark 1994, Pashley ve ark 1999). Mikro gerilim bağlanma dayanım testinde 0,25–1 mm<sup>2</sup> büyüklüğündeki örneklerdeki stresler ölçülebilmektedir.

Mikrotensile testi için iki şekilde kesit alınmaktadır. Birincisi, vertikal yönde 2 mm kalınlığında alınan kesitler bağlantı yüzey alanı 1,6-1,8 mm<sup>2</sup> olacak şekilde bağlantı bölgesine kum saati şekli verilmesiyle elde edilir (Pashley ve ark 1999, Shono ve ark 1999). İkincisi ise, bağlantı yüzeyine dikey olarak 1,0±0,1 mm kalınlığında dilimler elde edilip, daha sonra örneklerin 90° döndürülerek bağlantı yüzeyine dik olarak elde edilen ikinci kesitlerin alınması sonucu yaklaşık 1x1 mm<sup>2</sup> lik mikro çubuklar oluşturulmasıyla elde edilmektedir (El Zohairy ve ark 2003).

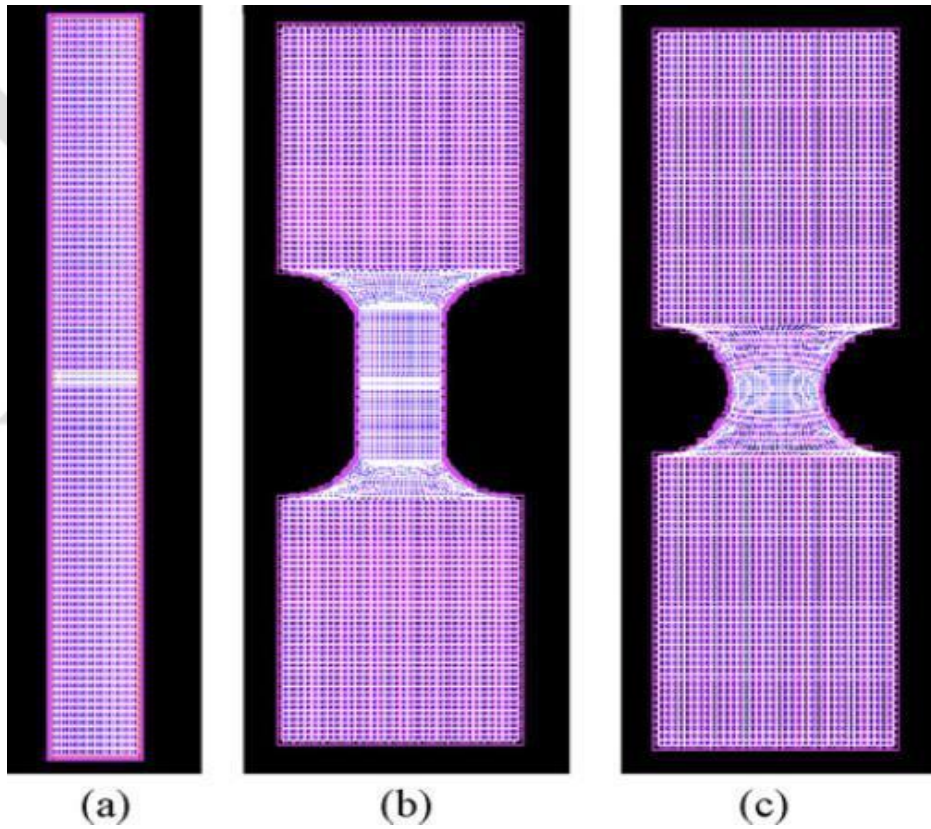
Mikrotensile testi için 1x1 mm<sup>2</sup> lik yüzey alanına sahip mikro çubuklar elde edildiği yöntemdeki örneklerin bağlantı alanında daha az stres olduğu bulunmuştur (Pashley ve ark 1999, Della Bona ve ark 2003). Bu yöntemle aynı dişten 12-16 örnek elde edilebilmektedir. Bağlanma kuvvetinin alan dağılımı ya da dağılma sıklığı kadar ortalama değer ve standart sapma ölçülebilir. Bu metodla birçok restoratif materyalde geleneksel metodlarla elde edilen değerlere göre daha yüksek bağlanma dayanımı değerleri (30-70 MPa) elde edilmektedir (Sano ve ark.1994, Yoshiyama ve ark. 1996, Carvalho ve ark. 1994). Araştırmacılar bu metodun kullanımıyla başarısızlığın daha çok bağlanmamış ara yüzeyde olduğunu bildirmişler ve geniş yüzey alanının kullanıldığı klasik test metodlarından daha fazla bağlanma dayanıklılığı değerleri kaydetmişlerdir (Schreiner ve ark 1998, Tanumiharja ve ark 2000). Dentine bağlanma dayanımı, bağlantı yüzey alanı ile ters orantılıdır. Geniş yüzey alanları düşük bağlanma dayanımı gösterirken, küçük yüzey alanları ise yüksek bağlanma dayanımı göstermektedir (Sano ve ark 1994). Mineye başarılı bağlanma dayanımı değerleri 25 ile 30 MPa arasında değişirken dentine bağlanma değeri ise 17 MPa'ı aşmalıdır (Eick ve ark. 1997, Davidson ve Gee 1984).

Yapılan çalışmalarda makaslama ve gerilim testlerinde kırılmaların % 80' inin dentinde koheziv kırılma ile sonuçlandığı görülmektedir (Pashley ve ark. 1995). Mikro gerilim bağlanma dayanım testinde, geleneksel makaslama ve gerilim testlerine göre daha yüksek bağlanma dayanım değeri elde edilmekte böylece daha güvenilir sonuçların ortaya çıktığı düşünülmektedir. Ayrıca bu test yönteminde daha çok adeziv başarısızlık görülmekte, dentindeki koheziv başarısızlıkların sayısı da oldukça azaltılmaktadır (Craig ve Powers 2002). Mikro gerilim bağlanma test metodu, geleneksel metodlarla elde edilemeyen çok yönlü kullanım sağlamaktadır. Bu test yapılırken, konvansiyonel testlerden daha fazla emek harcanır fakat harcanan emek ve

zaman, diş hekimliğinde kullanılan restoratif materyallerin adezyon kuvvetinin içeriğini anlamak için fayda sağlamaktadır.

Mikro gerilim için hazırlanan örneklerin şekli de, örnek büyüklüğünde (bağlanma yüzey alanı) olduğu gibi bağlanma kuvvetleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Mikro gerilim için üç şekilde örnek hazırlanabilmektedir (Şekil 2):

- Çubuk şeklinde (non trimmig)
- Kum saati şeklinde (hourglass)
- Halter şeklinde (dumbbell)



**Şekil 2-4: Mikro gerilim testi için hazırlanan çeşitli örnek şekilleri: (a) çubuk, (b) halter, (c) kum saati**

Çubuk şeklinde örneklere, frez kullanılarak bağlanma alanı büyüklüğü hazırlanmaktadır. SEM analizlerinde özellikle minenin bağlanma yüzeyi olarak kullanıldığı araştırmalarda, kum saati ve halter şekli verilmiş (trimlenmiş) örneklerde, frezlenen alanda kırık hatları gözlemlenmiştir. Bu bulgulara dayanarak özellikle mineden elde edilen örneklerde frezle düzeltme yapılmaması önerilmiştir. Dentindeki örneklerde, minedekilere göre ve çubuk örneklerde, kum saati şeklindekilere göre daha

yüksek bağlanma kuvvetleri elde edilebilmektedir. (Ghassemeieh 2008) Aynı zamanda bağlanma kuvveti, örneğin kalınlığının artmasıyla azalmaktadır. Eğer kum saati şekli tercih ediliyorsa yüzey alanı  $1 \times 1 \text{ mm}^2$  yi geçmemelidir (Shono ve ark. 1997). Microtensile teknikte germe gerilim yükü adesivle dental substrat arasında çok küçük bir yüzey alanına uygulanmaktadır. Böyle sınırlanmış bir yüzey alanında stres dağılımının, test ölçümlerinin dental dokuyla materyal arasındaki ara yüz bağlantısını en doğru şekilde gösterecek şekilde eşit olması beklenir.

Ghassemieh, 2008 yılında örneklerin geometrilerinin sonlu elemanlar analizi ile (FEA) bağlanma kuvvetine etkisini araştırdığı çalışmasında, kum saati şeklindeki örneklerin halter şeklindeki ve çubuk şeklindeki örneklere göre daha düşük bağlanma dayanımı ve standart hata gösterdiğini bildirmiştir. Çubuk ve halter şekilli örnekler arasında anlamlı bir farklılık olmadığını ve yüksek modülüslü adezivler kullanıldığı zaman bu üç örnek geometrisinin bağlanma dayanımı değerleri arasındaki farkın büyüdüğünü, ortaya koymuştur (Ghassemieh 2008).

#### **2.4.1.4. Mikro gerilim test metodunun avantajları**

1. Tek bir diştten çok sayıda numune alınabilinmesini sağlar ve böylece tek diş için ortalama ve varyans değerleri hesaplanabilir.
2. Yüksek ara yüz bağlanma dayanıklılığı ölçülebilir.
3. Bölgesel bağlanma dayanıklılığının ölçümüne izin verilir.
4. Küçük alanlarda çalışıldığı için uygulanan stres dağılımı daha homojen olur. Bu yüzden geleneksel metodlardan daha az koheziv bağlanma görülür.
5. İrregüler yüzey üzerinde yapılan bağlanma testlerine izin verir.
6. Çok küçük alanların bağlanmalarının tespitine izin verir.
7. Yüzey alanı yaklaşık  $1 \text{ mm}^2$  olduğundan başarısız bağlanma yüzeylerinin SEM ile değerlendirilmesini kolaylaştırır. Koheziv kopmadan çok adeziv kopma başarısızlık şekli görülür. (Sano ve ark 1994, Pasley ve ark 1995, 1999, Sudsangiam ve Van Noort 1999, Shono ve ark. 1999).

#### 2.4.1.5. Mikro gerilim test metodunun dezavantajları:

1. Laboratuvar işlemleri zordur ve teknik hassasiyet gerektirir.
2. Özel donanım gerektirir.
3. Örnekler çok küçük olduğu için kolaylıkla dehidrate olabilirler 5 MPa'dan küçük bağlanma dayanımı değerlerini ölçmek zordur. (Sano ve ark 1994, Pasley ve ark 1995,1999, Sudsangiam ve Van Noort 1999, Shono ve ark 1999).





### 3. GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışma İstanbul Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı'nda yürütülmüştür.. Çalışmamızda çürüksüz çekilmiş 20 yaş dişlerine, bir doğal kollajen çapraz bağlayıcı ajan olan “genipin” farklı konsantrasyon ve sürelerde uygulanarak farkı dentin adesiflerinin dentine bağlanma direnci mikro gerilim bağlanma dayanımları in vitro olarak değerlendirilmiştir.

#### 3.1. Çalışmada Kullanılan Materyaller

Çalışmamızda deney gruplarına doğal kollajen çapraz bağlayıcı ajan, Genipin, %2,5, %5 ve %10 konsantrasyonda, 30 ve 60 saniye süreyle uygulanmıştır (Şekil 3.1). Bu uygulama sonrası bir self etch dentin adesifi olan “Adper Easy One Self Etch Adhesive” (3M ESPE,ST PAUL, MN, ABD) ve total etch dentin adesifi ajan olan “Adper Single Bond”(3M ESPE,ST PAUL, MN, ABD) (Şekil 3.2) kullanılarak kompozit reçine(Filtek Supreme XT (3M ESPE, Sao Paulo, ABD) (Şekil 3.3) ile restorasyonlar gerçekleştirilmiştir. Kontrol gruplarındaki örneklerde ise genipin uygulanmadan self etch ve total etch dentin adesifi kullanılarak restorasyonlar tamamlanmıştır. Çalışmada kullanılan materyallerin kimyasal içerikleri ve üretici firmalar (tablo 3.1)'de görülmektedir. Polimerizasyon işlemi ışık gücü 600 mW/cm<sup>2</sup> olan quartz-tungsten-halojen bir ışık kaynağı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.4). Cihazın ışık gücü düzenli aralıklarla bir radyometre ile (Hilux Ledmax Light Curing Meter, Benlioglu Dental Inc, Ankara, Türkiye) (Şekil 3.5) ölçülerek kontrol edilmiştir. Kontrol ve deney gruplarının mikro gerilim bağlanma dayanımı testlerine hazırlıkları için hassas kesme cihazı (Isomet 1000, Buehler, ABD) kullanılmıştır (Şekil 3.6). Kopma değerlerinin ölçümü için mikro gerilim bağlanma cihazından faydalanılmıştır (Bisco Inc, ABD) (Şekil 3.7). Kopma tipleri ise stereomikroskop (Olympus, SZ61, Munster, Germany) kullanılarak belirlenmiştir (Şekil 3.8).

**Tablo 3.1. Çalışmada Kullanılan Materyallerin Kimyasal İçerikleri ve Üretici Firmalar**

Materyal	Kimyasal İçerik	Üretici Firma	Üretim (LOT) Numarası
Scotchbond Etchant	%37'lik Fosforik Asit Jel	3M ESPE, Etchant Jel ABD	274688
Adper Single Bond	Etil Alkol, Bis-GMA, Silika Nanopartiküller, HEMA, Gliserol, 1,3 Dimetakrilat, Akrilik Asit Kopolimer, Đtakonik asit, Diüretan Dimetakrilat, Su	3M ESPE, St. Paul, MN, ABD	288771
Adper Easy One Self Etch Adhesive	Primer: MDP, HEMA, Hidrofilik Alifatik Dimetakrilat, dl-kamforokinon, N,N-dietanol-p-tolidin, Su, Adeziv: MDP, Bis-GMA, HEMA, Hidrofobik Alifatik Dimetakrilat, dl-kamforokinon, N,N-dietanol-p-tolidin, koloidal silica	3M ESPE, ST PAUL, MN, ABD	01638A
Genipin	Metil(1R,2R,6S)-2-hidroksi-9-(hidroksimetil)-3oksabisiklo(4.3.0) nona-4.8-dien-5-karboksilat	Shangahai Yijing Industrial Ca.Ltd	6902-78

### 3.2. Dişlerin Seçimi

Çalışmamızda çeşitli nedenlerden dolayı çekilmiş apeksifikasyonu tamamlanmış, çürüksüz üçüncü büyük azı dişi kullanılmıştır (Şekil 3.9). Çekimi takiben dişler üzerindeki yumuşak doku artıkları, kemik parçacıkları ve diş taşları periodontal bir küret yardımıyla uzaklaştırılmıştır. Dişler, deney gününe kadar oda sıcaklığında

distile su içerisinde, en fazla 3 ay bekletilmiştir. Saklama sıvısı her hafta periyodik olarak değiştirilmiştir.

### 3.3. Grupların Oluşturulması

Çalışmada kullanılacak 28 dişin 4 tanesi kontrol grubu olarak ayrılmış ve bu dişlere genipin uygulaması yapılmamıştır. Geriye kalan 24 dişin yarısı farklı konsantrasyonlarda ve sürelerde genipin uygulamasından sonra self etch diğer yarısı ise total etch dentin adesifi kullanılarak kompozit reçine ile restore edilmiştir. İki farklı sürede ve üç farklı konsantrasyonda genipin uygulanarak, iki farklı dentin adesifi uygulaması için her biri 2 dişten oluşan 14 grup oluşturulmuştur. Oluşturulan 14 grup (tabloda 3.2)'de gösterilmiştir.

**Tablo 3.2. Çalışma grupları**

Grup	Genipin Uygulama Süresi (Saniye)	Genipin Konsantrasyonu (%)	Dentin adesifi
1	30	2.5	Self-Etch
2	30	5	Self-Etch
3	30	10	Self-Etch
4	60	2.5	Self-Etch
5	60	5	Self-Etch
6	60	10	Self-Etch
7	30	2.5	Total-Etch
8	30	5	Total-Etch
9	30	10	Total-Etch
10	60	2.5	Total-Etch
11	60	5	Total-Etch
12	60	10	Total-Etch
13 (kontrol)	-	-	Self-Etch
14 (kontrol)	-	-	Total-Etch

### 3.4. Örneklerin hazırlanması

Kompozit reçinenin bağlanacağı yüzeyinin açığa çıkarılması için anatomik kuronun okluzal 1/3 bölümünün hemen altından su soğutması altında düşük devirli bir hassas kesme cihazı (IsoMet 1000, Buehler, ABD) ve bir elmas kesme diski (IsoMet Blade, ABD) (Şekil 3.10) kullanılarak uzaklaştırılmıştır. Açığa çıkarılan yüzeyler bir stereomikroskop (Olympus SZ61, Munster, Germany) ile olası mine dokusu varlığı

açısından incelenemiştir. Düz dentin yüzeyleri elde etmek ve uniform bir smear tabakası oluşturmak için örneklerin dentin yüzeyleri su altında 600 gritlik silikon karbit zımpara diski (Buehler-Met II Silicon carbide grinding paper P400/600, ABD) ile 60 sn süre ile zımparalama cihazı kullanılarak aşındırılmıştır (Şekil 3.11). Aşındırma süresi, oluşturulan smear tabakasının tüm örneklerde özdeş olabilmesi için sabit tutulmuştur.

Düzleştirilmiş dentin yüzeyine, bir damla genipin damlalık yardımıyla uygulanmış ve 30 ila 60s süresince hiçbir işlem yapılmadan bekletilmiştir. Süre sonunda genipin su spreyi ile yıkanarak uzaklaştırılmıştır.

#### **3.4.1. Self etch dentin adesifi uygulaması**

Genipin uygulanmış dentin yüzeyine self etch dentin adesifi (Adper Easy One Self Etch Adhesive, 3M ESPE, ST PAUL, MN, ABD) üretici firmanın önerileri doğrultusunda uygulanmış ve 40 sn süreyle 600 mW/cm<sup>2</sup> ışık gücündeki kuartz halojen ışık kaynağı kullanılarak polimerize edilemiştir. Kompozit reçine ile (Filtek Ultimate, 3M ESPE, ST PAUL, MN, ABD) dişin restore edilebilmesi için “Tofflemire” taşıyıcı ve 6 mm yüksekliğinde düz metal matris bandı (Şekil 3.12, 3.13), reçine bağlanma yüzeyine uygulanarak, 5 mm yüksekliği olan kompozit reçine yerleştirilebilmesi için kalıp oluşturulmuştur (Şekil 3.14). Kalıp içine, her biri 2 mm kalınlığında iki tabaka kompozit reçine yerleştirilecek ve her bir tabaka ayrı ayrı 40 sn süreyle 600 mW/cm<sup>2</sup> ışık gücündeki kuartz halojen ışık kaynağı kullanılarak polimerize edilemiştir. Kontrol grubundaki dişlere (grup 13) aynı uygulamalar yapılacak ancak bu örneklere genipin uygulanmamıştır.

#### **3.4.2. Total etch dentin adesifi uygulaması**

Genipin uygulanmış dentin yüzeyi %37.5' luk fosforik asit (Kerr Etchant Jel ABD) (Şekil 3.15) ile 15 sn süre ile muamele edilmiş, ~2.5 bar hava basıncı ile ~10 mm mesafeden su ile 15 sn yıkanmış ve 5 sn süre ile hava uygulamasıyla kontrollü olarak kurutulur. Dentin bağlayıcı (Adper Single Bond, 3M ESPE, ST PAUL, MN, ABD) üretici firmanın önerileri doğrultusunda uygulanmış ve 40 sn süreyle 600 mW/cm<sup>2</sup> ışık gücündeki kuartz halojen ışık kaynağı kullanılarak polimerize edilmiştir.

Kompozit reçine ile (Filtek Ultimate, 3M ESPE, ST PAUL, MN, ABD) dişin restore edilebilmesi için “Tofflemire” taşıyıcı ve 6 mm yüksekliğinde düz metal matris bandı , reçine bağlanma yüzeyine uygulanarak, 5 mm yüksekliği olan kompozit reçine

yerleştirilebilmesi için kalıp oluşturulmuştur (Şekil 3.16). Kalıp içine, her biri 2 mm kalınlığında iki tabaka kompozit reçine yerleştirilmiş ve her bir tabaka ayrı ayrı 40 sn süreyle 600 mW/cm<sup>2</sup> ışık gücündeki kuartz halojen ışık kaynağı kullanılarak polimerize edilmiştir. Kontrol grubundaki dişlere (grup 14) aynı uygulamalar yapılmış ancak bu örneklere genipin uygulanmamıştır.

### 3.4.3. Mikro Gerilim Bağlanma Dayanımı Ölçümü

Bağlanma deneyleri İstanbul Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı'ndaki Araştırma Laboratuvar'ında gerçekleştirilmiştir.

Kompozit reçine bağlanmış örnekler, mikro gerilim bağlanma dayanımı testi için hazırlanma aşamasına geçmeden önce 24 saat distile suda bekletilmiştir. Dişler, bağlanma yüzeyine dik olacak şekilde önce mesiodistal, sonra da vestibülo-lingual yönde su soğutması altında düşük hızda 0,3 mm kalınlığındaki elmas disk (IsoMet Blade Buehler, ABD) (Şekil 3.17, 3.18) ile hassas kesme cihazı (ISOMET 1000. Buehler, ABD.) (Şekil 3.19) ile kesilerek, yüzey alanı 1,0 x 1,0 mm ve uzunluğu 8-9 mm olan kare kesitli dentin-kompozit çubuklar elde edilmiştir (Şekil 3.20). Kesme hızı 400 RPM olarak belirlenmiştir. Çalışma gruplarının her birinde 15 adet çubuk elde edilerek, toplam 210 çubuk üzerine mikro-gerilme testi uygulanmıştır. Örneklerin tümü, hazırlanmaları ve test işlemi süresi boyunca nemli ortamda saklanmıştır.

Kesit alma işlemi sonrasında elde edilen çubuk şeklindeki örnekler test cihazına yerleştirilerek kompozit ve dentin uçlarından siyanoakrilat esaslı bir yapıştırıcı (Zapit, Dental Ventures of America Inc, Corona, CA, ABD) (Şekil 3.21, 3.22) ile sabitlenmiştir. Cihaza yerleştirilme sırasında kopma gösteren örnekler çalışma dışına çıkarılmıştır. Bu işlem sırasında kullanılan yapıştırıcının ve hızlandırıcısının çubuk şeklindeki örneklerin bağlanma yüzeylerine bulaşmamasına özen gösterilmiştir.

Örnekler kopmanın gerçekleştiği en düşük değer elde edilene kadar universal test cihazında (Microtensile tester, Bisco Inc, ABD) 1mm/dk'lık hızda 500 N'luk gerilme kuvveti uygulanarak strese maruz bırakılmıştır. Kuvvet birimi "Newton" (N) olarak kalibre edilerek, kopma anındaki değerler aletin dijital göstergesinde sabitlenmiş değerler kaydedilmiştir (Şekil 3.23). Daha sonra ölçülen mikro gerilim bağlanma dayanım değerlerinin birimleri Newton cinsinden "Megapaskala" (MPa) dönüştürülmüştür (Kuvvet/Yüzey Alanı).

### 3.5. Kırılma Tiplerinin İncelenmesi

Mikro-gerilim testinden sonra stereomikroskop (Olympus SZ61, Munster, Germany) ve stereomikroskoba uyumlu görüntüleme sistemi (Olympus soft SC30, Munster, Germany) yardımı ile x40 büyütme kullanılarak tüm numunelerin kırık yüzeylerinin mikromorfolojisi araştırılmıştır (Şekil 3.24).

Başarısızlık tipleri koheziv tip başarısızlık (dentin veya kompozitte), adeziv tip başarısızlık (dentin-bonding, bonding-kompozit ara yüzeyinde) olarak kaydedilmiştir (Şekil 4.1, 4.2, 4.3).

### 3.6. Verilerin İstatiksel Analizi

Çalışmada elde edilen bulgular değerlendirilirken, istatistiksel analizler için IBM SPSS Statistics 22 (IBM SPSS, Türkiye) programı kullanılmıştır. Çalışma verileri değerlendirilirken parametrelerin normal dağılıma uygunluğu Shapiro Wilks testi ile değerlendirilmiş ve parametrelerin normal dağılıma uygun olduğu saptanmıştır. Çalışma verileri değerlendirilirken parametrelerin gruplar arası karşılaştırmalarında Oneway Anova testi ve farklılığa neden olan grubun tespitinde Tukey HDS testi kullanılmıştır. Parametrelerin iki grup arası karşılaştırmalarında Student t test kullanılmıştır. Anlamlılık  $p < 0.05$  düzeyinde değerlendirilmiştir.



Şekil 3.1. Farklı konsantrasyonda kullanılan Genipin



Şekil 3.2. Çalışmada Kullanılan “Adper Easy One Self Etch Adhesive” ve total etch dentin adesifi ajan olan “Adper Single Bond”



Şekil 3.3. Kullanılan Kompozit (Filtek-Z550 Supreme XT)



**Şekil 3.4. Optilux 501 (Halogen Curing Light, Kerr, USA)**



**Şekil 3.5. Radiometre (Hilux Ledmax Light Curing)**

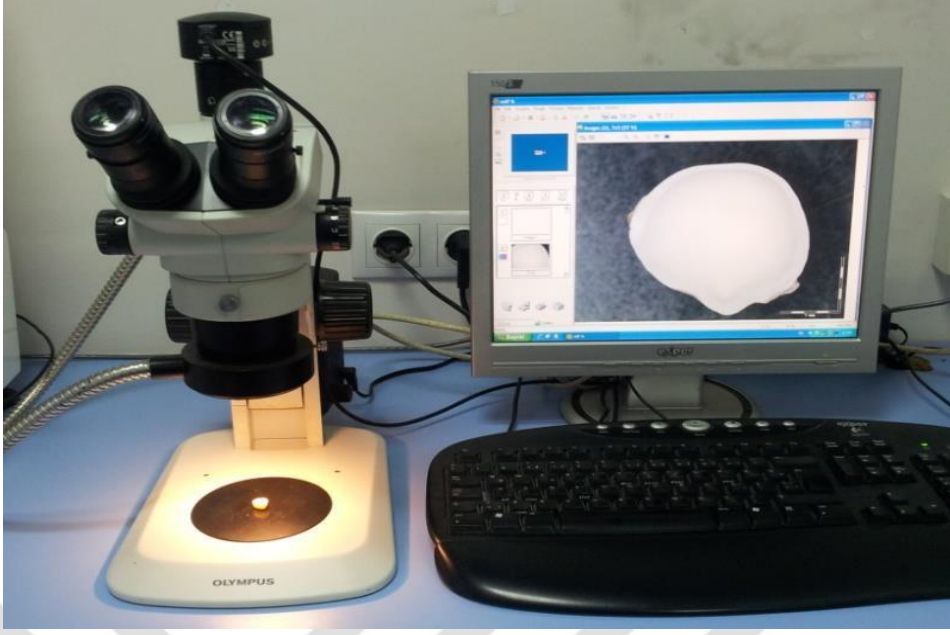




Şekil 3.6. Isomet 1000 Cihazı (Buehler Precision Saw, Düsseldorf, Germany)



Şekil 3.7. Mikrogerilim Test Cihazı (BISCO inc, Schaumburg, IL, USA)



**Şekil 3.8. Stereo Mikroskop (Olympus SZ61, Munster, Germany)**



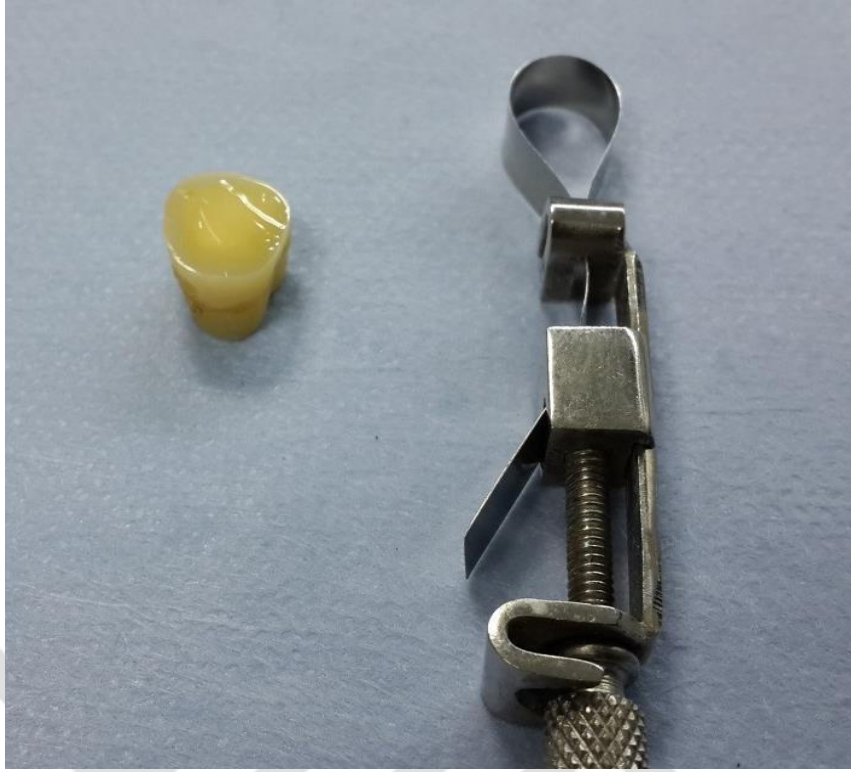
**Şekil 3.9. Kullanılan Üçüncü Büyük Azı Dişler**



Şekil 3.10. Elmas Disk (Isomet-Buehler, Düsseldorf, Germany)



Şekil 3.11. Buehler MetaServ 250 Grinder-Polisher (Düsseldorf, Germany)



**Şekil 3.12. Tofflemire Matriks ile Uygulanması**



**Şekil 3.13. Kullanılacak Dişin Tofflemire Matriks ile Çepeçevre Sarılması**



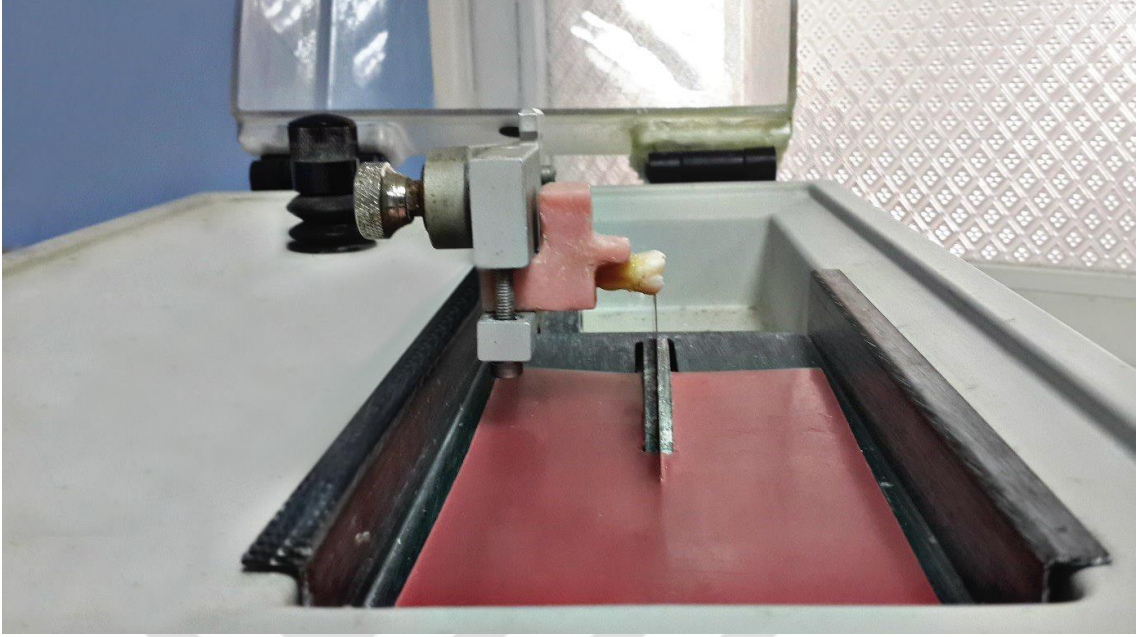
**Şekil 3.14. 5 mm Yüksekliğinde Kompozit Blok Oluşturulması**



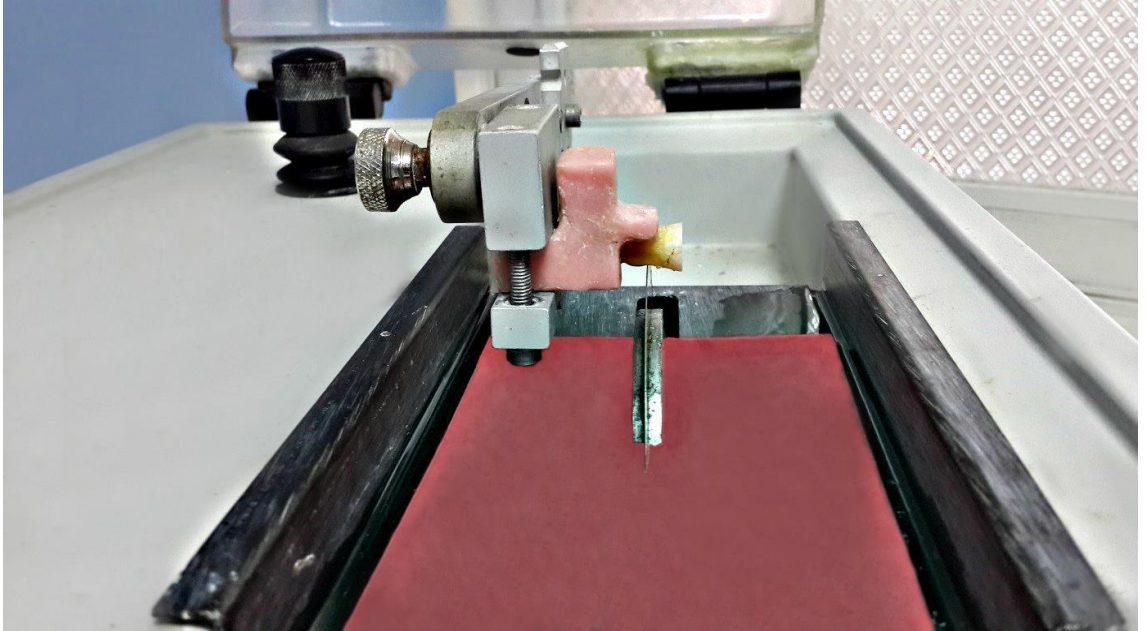
**Şekil 3.15. %37.5' lik fosforik asit**



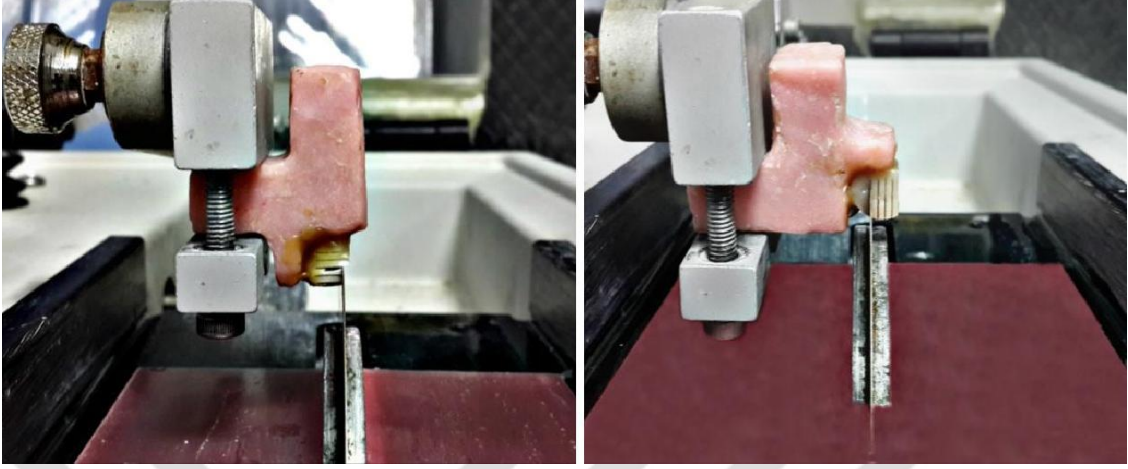
**Şekil 3.16. Dentin Yüzeyinde 4 mm Kompozit Reçine Uygulanmış Sekli**



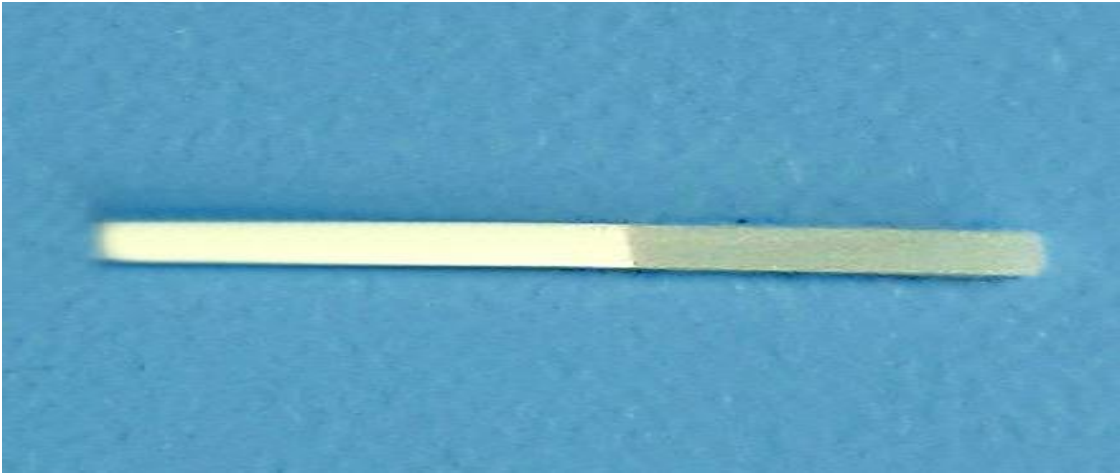
**Şekil 3.17. Dişin Mine Kısımını 3 mm Dentin Yüksekliğinde kalacak kadar uzaklaştırılması**



**Şekil 3.18. Dişin Kök Kısımının 5 mm Dentin Yüksekliği Kalacak Sekilde Uzaklaştırılması**



**Şekil 3.19. 1 mm Kalınlığındaki Kesitlerin Bađlanma Yüzeyine Dik Olacak Şekilde Akıilik Blođa Sabitlenmesi ve 1mm alanında çubukların elde edilmesi.**



**Şekil 3.20. 1mm Kalınlığındaki Dentin Çubukların Şekli**



Şekil 3.21. by BEST (BY-1500, Cyanoacrylate Adhesive, Ergin Endüstri, İstanbul, Türkiye)

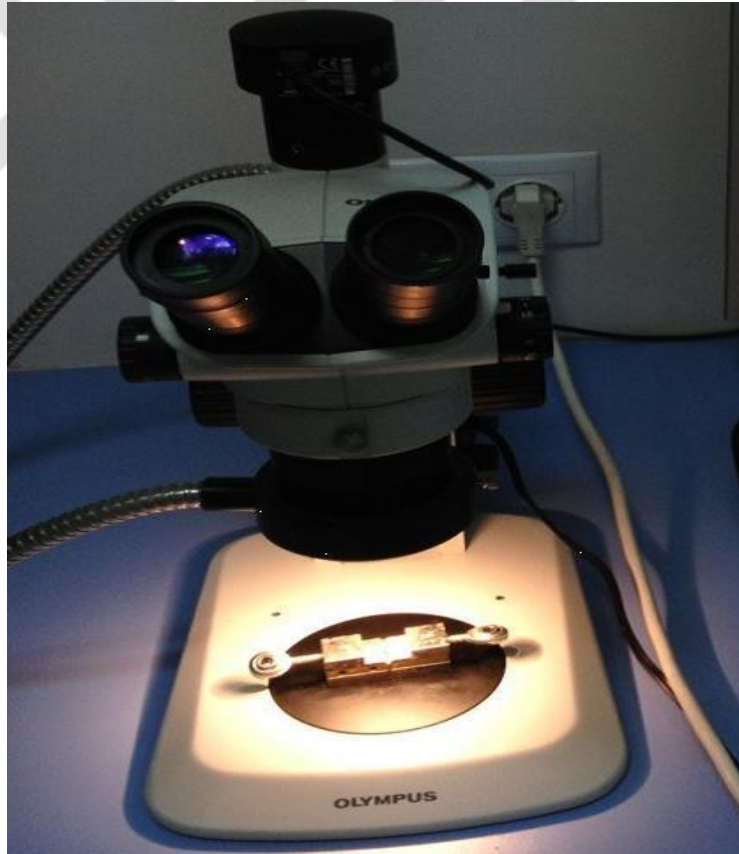


Şekil 3.22. 1mm Alanındaki Deney Çubuklarının Siyanoakrilat Adeziv Ajan ile Sabitlenmesi





**Şekil 3.23. Çekme Kuvveti Uygulanan Deney Çubuklarının Kopma Anı (BISCO inc, Schaumburg, L, USA)**



**Şekil 3.24. Mikrogerilim Cihazında Kopan Örneklerin Stereo Mikroskop Altında İncelenmesi (Olympus SZ61, Munster, Germany)**

## 4. BULGULAR

Farklı konsantrasyondaki genipinin, dentin yüzeyine 30sn ve 60sn uygulanmasından sonra total etch ve self etch adesif kullanılarak elde edilen mikro gerilim bağlanma değerleri (Tablo 4) te görülmektedir.

**Tablo 4.1. Farklı konsantrasyonda genipinin, farklı sürelerle uygulanmasından elde edilen bağlanma değerleri (Ort±SS, MPa)**

Süre	Bonding	%2.5 Genipin	%5 Genipin	%10 Genipin	Kontrol	p
		Ort±SS	Ort±SS	Ort±SS	Ort±SS	
30 sn	Total Etch	36,22±9,36	30,49±7,94	29,92±8,32	30,47±4,07	<b>0,232</b>
	Self Etch	36,78±6,88	30,90±4,28	30,23±3,85	30,68±7,33	<b>0,048*</b>
60 sn	Total Etch	39,75±11,68	30,43±3,92	30,78±8,31	30,47±4,07	<b>0,024*</b>
	Self Etch	46,22±12,98	33,49±9,25	36,89±12,1	30,68±7,33	<b>0,014*</b>

*Oneway ANOVA Test*

*\* p<0.05*

%2.5, %5, %10 Genipinin 30 sn uygulamasından sonra total etch adesif kullanılarak yapılan restorasyon ve kontrol grubundan elde edilen mikro gerilim bağlanma değerleri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.232; p>0.05).

%2.5, %5, %10 Genipinin 30 sn uygulamasından sonra self etch adesif kullanılarak yapılan restorasyon ve kontrol grubundan elde edilen mikro gerilim bağlanma değerleri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaktadır (p:0.048; p<0.05). Anlamlılığın nereden kaynaklandığının tespiti için yapılan post hoc Tukey HSD test sonucunda; %2.5 Genipin uygulanan grubunun mikro gerilim bağlanma değerleri ortalaması, %5 Genipin (p:0.029), %10 Genipin (p:0.016) ve Kontrol (p:0.024) gruplarından anlamlı şekilde yüksek bulunmuştur (p<0.05). %5 Genipin, %10 Genipin uygulaması ve Kontrol gruplarının ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p>0.05).

%2.5, %5, %10 Genipinin 30 sn uygulamasından sonra total etch adesif kullanılarak yapılan restorasyon ve kontrol grubundan elde edilen mikro gerilim bağlanma değerleri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık

bulunmaktadır (p:0.024; p<0.05). Anlamlılığın nereden kaynaklandığının tespiti için yapılan post hoc Tukey HSD test sonucunda; %2.5 Genipin grubunun ortalama bağlanma değeri, %5 Genipin (p:0.011), %10 Genipin (p:0.013) uygulanan ve kontrol (p:0.011) gruplarından anlamlı şekilde yüksek bulunmuştur (p<0.05). %5 Genipin, %10 Genipin ve Kontrol gruplarının ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p>0.05).

%2.5, %5, %10 Genipinin 60 sn uygulamasından sonra self etch adesif kullanılarak yapılan restorasyon ve kontrol grubundan elde edilen mikro gerilim bağlanma değerleri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.014; p<0.05). Anlamlılığın nereden kaynaklandığının tespiti için yapılan post hoc Tukey HSD test sonucunda; %2.5 Genipin uygulanan grubunun ortalama bağlanma değeri, %5 Genipin (p:0.048) ve kontrol (p:0.012) gruplarından anlamlı şekilde yüksek bulunmuştur (p<0.05). Diğer grupların ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p>0.05).

%2.5 konsantrasyonundaki genipinin 30 ve 60 sn süreyle uygulanmasından sonra self etch ve total etch adesif kullanılarak elde edilen ortalama mikro gerilim bağlanma değerleri Tablo 5’te görülmektedir. Yapılan istatistik analizde (Oneway ANOVA test) gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.145; p>0.05).

**Tablo 4.2. %2.5’lik Genipinin 30 ve 60 sn uygulaması ile elde edilen bağlanma değerleri (MPa)**

	<b>%2.5 Genipin</b>	<b>P</b>
	<b>Ort±SS</b>	
<b>30 sn Total Etch</b>	36,22±9,36	<b>0,145</b>
<b>30 sn Self Etch</b>	36,78±6,88	
<b>60 sn Total Etch</b>	39,75±11,68	
<b>60 sn Self Etch</b>	46,22±12,98	

*Oneway ANOVA Test*

%5 konsantrasyonundaki genipinin 30 ve 60 sn süreyle uygulanmasından sonra self etch ve total etch adesif kullanılarak elde edilen ortalama mikro gerilim bağlanma değerleri Tablo 6’de görülmektedir. Yapılan istatistik analizde (Oneway ANOVA test)

gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p: 0.708;  $p>0.05$ )

**Tablo 4.3. %5'lik Genipinin 30 ve 60 sn uygulaması ile elde edilen bağlanma değerleri (MPa)**

	<b>%5 Genipin</b>	<b>P</b>
	<b>Ort±SS</b>	
<b>30 sn Total Etch</b>	30,49±7,94	
<b>30 sn Self Etch</b>	30,90±4,28	
<b>60 sn Total Etch</b>	30,43±3,92	<b>0,708</b>
<b>60 sn Self Etch</b>	33,49±9,25	

*Oneway ANOVA Test*

%10 konsantrasyonundaki genipinin 30 ve 60 sn süreyle uygulanmasından sonra self etch ve total etch adesif kullanılarak elde edilen ortalama mikro gerilim bağlanma değerleri (Tablo 7) de görülmektedir. Yapılan istatistik analizde (Oneway ANOVA test) gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.241;  $p>0.05$ ).

**Tablo 4.4. %10'luk Genipinin 30 ve 60 sn uygulaması ile elde edilen bağlanma değerleri (MPa)**

	<b>%10 Genipin</b>	<b>P</b>
	<b>Ort±SS</b>	
<b>30 sn Total Etch</b>	29,92±8,32	
<b>30 sn Self Etch</b>	30,23±3,85	
<b>60 sn Total Etch</b>	30,78±8,31	<b>0,241</b>
<b>60 sn Self Etch</b>	36,89±12,1	

*Oneway ANOVA Test*

Genipin uygulama süresine ve kullanılan adesife bağlı olarak gruplar arasındaki istatistiksel değerlendirmeler Tablo 8'de görülmektedir.

30 sn genipin uygulamasından sonra, self etch adesif kullanılan gruplar karşılaştırıldığında (Grup 1, 2 ve 3); mikro gerilim bağlanma değeri ortalamaları

arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmaktadır ( $p:0.016$ ;  $p<0.05$ ). Anlamlılığın nereden kaynaklandığının tespiti için yapılan post hoc Tukey HSD test sonucunda; %2.5 Genipin uygulanan grubunun mikro gerilim bağlanma değeri ortalaması, %5 Genipin ( $p:0.044$ ) ve %10 Genipin ( $p:0.023$ ) gruplarından anlamlı şekilde yüksek bulunmuştur ( $p<0.05$ ). %5 Genipin ve %10 Genipin gruplarının ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır ( $p>0.05$ ).

30 sn genipin uygulamasından sonra, Total Etch adesif kullanılan gruplar karşılaştırıldığında (Grup 7, 8 ve 9); mikro gerilim bağlanma değerler ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır ( $p:0.209$ ;  $p>0.05$ ).

60 sn genipin uygulamasından sonra, Total Etch adesif kullanılan gruplar karşılaştırıldığında (Grup 10, 11 ve 12); mikro gerilim bağlanma değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmaktadır ( $p:0.035$ ;  $p<0.05$ ). Anlamlılığın nereden kaynaklandığının tespiti için yapılan post hoc Tukey HSD test sonucunda; %2.5 Genipin uygulanan grubunun mikro gerilim bağlanma değeri ortalaması, %5 Genipin ( $p:0.022$ ) ve %10 Genipin ( $p:0.027$ ) gruplarından anlamlı şekilde yüksek bulunmuştur ( $p<0.05$ ). %5 Genipin ve %10 Genipin uygulanan gruplarının ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır ( $p>0.05$ ).

60 sn genipin uygulamasından sonra, Self Etch adesif kullanılan gruplar karşılaştırıldığında (grup 4, 5 ve 6); mikro gerilim bağlanma değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmaktadır ( $p:0.044$ ;  $p<0.05$ ). Anlamlılığın nereden kaynaklandığının tespiti için yapılan post hoc Tukey HSD test sonucunda; %2.5 Genipin uygulanan grubunun ortalaması, %5 Genipin ( $p:0.020$ ) grubundan anlamlı şekilde yüksek bulunmuştur ( $p<0.05$ ). Diğer grupların ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır ( $p>0.05$ ).

**Tablo 4.5. Genipin Uygulama Süresine ve Kullanılan Adesife Bağlı Olarak, Deney Gruplarının Değerlendirilmesi (MPa)**

Süre	Bonding	%2.5 Genipin	%5 Genipin	%10 Genipin	p
		Ort±SS	Ort±SS	Ort±SS	
30 sn	Total Etch	36,22±9,36	30,49±7,94	29,92±8,32	<b>0,209</b>
	Self Etch	36,78±6,88	30,90±4,28	30,23±3,85	<b>0,016*</b>
60 sn	Total Etch	39,75±11,68	30,43±3,92	30,78±8,31	<b>0,035*</b>
	Self Etch	46,22±12,98	33,49±9,25	36,89±12,1	<b>0,048*</b>

*Oneway ANOVA Test*

*\* p<0.05*

Kullanılan adesife bağlı olarak grupların istatistiksel analizi (Tablo 9) da görülmektedir. 30 sn %2.5'lik genipin uygulamasından sonra, Self Etch ve Total Etch adesif kullanılan gruplarının (Grup 1 ve7) mikro gerilim bağlanma değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.880; p>0.05).

60 sn %2.5'lik genipin uygulamasından sonra, Self Etch ve Total Etch adesif kullanılan gruplarının (Grup 4 ve 10) mikro gerilim bağlanma değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.257; p>0.05).

30 sn % 5'lik genipin uygulamasından sonra, Self Etch ve Total Etch adesif kullanılan gruplarının (Grup 2 ve 8) mikro gerilim bağlanma değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.887; p>0.05).

60 sn % 5'lik genipin uygulamasından sonra, Self Etch ve Total Etch adesif kullanılan gruplarının (Grup 5 ve 11) mikro gerilim bağlanma değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.354; p>0.05).

30 sn % 10'lik genipin uygulamasından sonra, Self Etch ve Total Etch adesif kullanılan gruplarının (Grup 3 ve 9) mikro gerilim bağlanma değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.916; p>0.05).

60 sn % 10'lik genipin uygulamasından sonra, Self Etch ve Total Etch adesif kullanılan gruplarının (Grup 6 ve 10) mikro gerilim bağlanma değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.205; p>0.05).

Kontrol grupları (Grup 13 ve 14) karşılaştırıldığında, mikro gerilim bağlanma değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmamaktadır (p:0.938; p>0.05).

**Tablo 4.6. Kullanılan Adesif Tipine Bağlı Olarak, Grupların Değerlendirilmesi**

Süre	Bonding	%2.5 Genipin	%5 Genipin	%10 Genipin	Kontrol
		Ort±SS	Ort±SS	Ort±SS	Ort±SS
30 sn	Total Etch	36,22±9,36	30,49±7,94	29,92±8,32	30,47±4,07
	Self Etch	36,78±6,88	30,90±4,28	30,23±3,85	30,68±7,33
	p	<b>0,880</b>	<b>0,887</b>	<b>0,916</b>	<b>0,938</b>
60 sn	Total Etch	39,75±11,68	30,43±3,92	30,78±8,31	30,47±4,07
	Self Etch	46,22±12,98	33,49±9,25	36,89±12,1	30,68±7,33
	p	<b>0,257</b>	<b>0,354</b>	<b>0,205</b>	<b>0,938</b>

*Student t Test*

Genipin uygulama süresine bağlı olarak gruplar arası istatistiksel karşılaştırmalar (Tablo 10) da görülmektedir. %2.5'lik genipinin 30 sn ve 60 sn (Grup7 ve10) uygulamasından sonra Total Etch adesif kullanımı ile elde edilen mikro gerilim bağlanma değer ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.465; p>0.05). %2.5'lik genipinin 30sn ve 60 sn (Grup 1 ve 5) uygulamasından sonra self etch adesif kullanımı ile elde edilen mikro gerilim bağlanma değer ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.057; p>0.05).

% 5'lik genipinin 30sn ve 60sn (Grup 8 ve 11) uygulamasından sonra Total Etch adesif kullanımı ile elde edilen mikro gerilim bağlanma değer ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.983; p>0.05). %5'lik genipinin 30sn ve 60sn (Grup 2 ve 4) uygulamasından sonra self etch adesif kullanımı ile elde edilen mikro gerilim bağlanma değer ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.436; p>0.05).

% 10'lik genipinin 30sn ve 60sn (Grup 9 ve 12) uygulamasından sonra Total Etch adesif kullanımı ile elde edilen mikro gerilim bağlanma değer ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır (p:0.820; p>0.05). %10'luk 30sn ve 60sn (Grup 3 ve 6) uygulamasından sonra self etch adesif kullanımı ile

elde edilen mikro gerilim bağlanma değer ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamaktadır ( $p:0.126$ ;  $p>0.05$ ).

**Tablo 4.7. Genipin Uygulama Süresine Bağlı Olarak, Deney Gruplarının Karşılaştırılması.**

Bonding	Süre	%2.5 Genipin	%5 Genipin	%10 Genipin
		Ort±SS	Ort±SS	Ort±SS
Total Etch	30 sn	36,22±9,36	30,49±7,94	29,92±8,32
	60 sn	39,75±11,68	30,43±3,92	30,78±8,31
	P	<b>0,465</b>	<b>0,983</b>	<b>0,820</b>
Self Etch	30 sn	36,78±6,88	30,90±4,28	30,23±3,85
	60 sn	46,22±12,98	33,49±9,25	36,89±12,1
	P	<b>0,057</b>	<b>0,436</b>	<b>0,126</b>

*Student t Test*

**% 2,5, 5 ve 10 konsantrasyondaki genipinin farklı sürelerde uygulanması sonrasında kırılma tiplerin dağılımı tablo 4.8, 4.9 ve 4.10' da görülmektedir.**

%2.5 genipinin 30 saniye uygulandıktan sonra total-etch adeziv kullanılarak yapılan restorasyonlardan 2 adet adesiv, 2 adet miks, 6 adet ise kohezif tipte kırılma olmuştur. Kohezif kırılmalarda 5 adet kompozit, 1 adet dentinden kırılmıştır. 60 saniye genipinin total-etch uygulanmasında 3 adet adesiv, 2 adet miks ve 5 adet kohezif kopma incelenmiştir. Kohezif kırılmalarda 3 adet kompozit, 2 adet dentinden kırılmıştır.

% 2.5 genipinin 30 saniye uygulamasından sonra self-etch adeziv kullanılarak yapılan restorasyonlarından 4 adet adesiv, 6 adet ise kohezif tipte kopma sağlanmıştır. Kohezif kırılmalarından 4 adet kompozit, 2 adet dentinden kırılmıştır. 60 saniye uygulandıktan sonra self-etch adeziv kullanılarak yapılan restorasyonlardan 3 adet adesiv, 1 adet miks,



kohezif tipte ise 6 adet kırılma olmuştur. Kohezif kırılmalarından 4 adet kompozit, 2 adet ise dentinden kırılmıştır.

% 2.5 genipinin kontrol gruplarında total-etch adezif kullanılarak yapılan restorasyonlardan 3 adet adesiv, 2 adet miks, 5 adet ise kohezif tipte kırılma olmuştur. Kohezif kırılmalarda 4 adet kompozit, 1 adet dentinden kırılmıştır. Self-etch adezif kullanılarak yapılan restorasyonlarından 3 adet adesiv, 2 adet miks, 5 adet kohezif tipte kopma sağlanmıştır. Kohezif kırılmalarından 3 adet kompozit, 2 adet dentinden kırılmıştır.

% 5 Genipinin 30 saniye uygulandıktan sonra total-etch adezif kullanılarak yapılan restorasyonlardan 3 adet adesiv, 1 adet miks, 6 adet ise kohezif tipte kırılma olmuştur. Kohezif kırılmalarda 4 adet kompozit, 2 adet dentinden kırılmıştır. 60 saniye genipinin total-etch uygulanmasında 2 adet adesiv, 1 adet miks ve 7 adet kohezif kopma incelenmiştir. Kohezif kırılmalarda 4 adet kompozit, 3 adet dentinden kırılmıştır.

% 5 genipinin 30 saniye uygulamasından sonra self-etch adezif kullanılarak yapılan restorasyonlarından 3 adet adesiv, 2 adet miks, 5 adet kohezif tipte kopma sağlanmıştır. Kohezif kırılmalarından 3 adet kompozit, 2 adet dentinden kırılmıştır. 60 saniye uygulandıktan sonra self-etch adezif kullanılarak yapılan restorasyonlardan 3 adet adesiv, kohezif tipte 7 adet kırılma olmuştur. Kohezif kırılmalarından 4 adet kompozit, 3 adet ise dentinden kırılmıştır.

% 5 genipinin kontrol gruplarında total-etch adezif kullanılarak yapılan restorasyonlardan 3 adet adesiv, 2 adet miks, 5 adet ise kohezif tipte kırılma olmuştur. Kohezif kırılmalarda 4 adet kompozit, 1 adet dentinden kırılmıştır. Self-etch adezif kullanılarak yapılan restorasyonlarından 3 adet adesiv, 2 adet miks, 5 adet kohezif tipte kopma sağlanmıştır. Kohezif kırılmalarından 3 adet kompozit, 2 adet dentinden kırılmıştır.

% 10 Genipinin 30 saniye uygulandıktan sonra total-etch adezif kullanılarak yapılan restorasyonlardan 3 adet adesiv, 1 adet miks, 6 adet kohezif tipte kırılma olmuştur. Kohezif kırılmalarda 4 adet kompozit, 2 adet dentinden kırılmıştır. 60 saniye genipinin total-etch uygulanmasında 2 adet adesiv, 1 adet miks ve 7 adet kohezif kopma incelenmiştir. Kohezif kırılmalarda 5 adet kompozit, 2 adet dentinden kırılmıştır.

% 10 genipinin 30 saniye uygulamasından sonra self-etch adeziv kullanılarak yapılan restorasyonlarından 4 adet adeziv, 1 adet miks, 5 adet kohezif tipte kopma sağlanmıştır. Kohezif kırılmalarından 4 adet kompozit, 1 adet dentinden kırılmıştır. 60 saniye uygulandıktan sonra self-etch adeziv kullanılarak yapılan restorasyonlardan 3 adet adeziv, 1 adet miks, kohezif tipte 6 adet kırılma olmuştur. Kohezif kırılmalardan 5 adet kompozit, 1 adet ise dentinden kırılmıştır.

% 10 genipinin kontrol gruplarında total-etch adeziv kullanılarak yapılan restorasyonlardan 3 adet adeziv, 2 adet miks, 5 adet ise kohezif tipte kırılma olmuştur. Kohezif kırılmalarda 4 adet kompozit, 1 adet dentinden kırılmıştır. Self-etch adeziv kullanılarak yapılan restorasyonlarından 3 adet adeziv, 2 adet miks, 5 adet kohezif tipte kopma sağlanmıştır. Kohezif kırılmalarından 3 adet kompozit, 2 adet dentinden kırılmıştır.

**Tablo 4.8. %2.5 Genipinin farklı sürelerde uygulanması sonrasında kırılma tiplerinin dağılımı**

Süre	Bonding	N	Adesif	Miks	Kohesif	
					Kompozit	Dentin
30	Total	10	2	2	5	1
	Self	10	4	0	4	2
60	Total	10	3	2	3	2
	Self	10	3	1	4	2
Kontrol	Total	10	3	2	4	1
	Self	10	3	2	3	2

**Tablo 4.9. %5 Genipinin farklı sürelerde uygulanması sonrasında kırılma tiplerinin dağılımı**

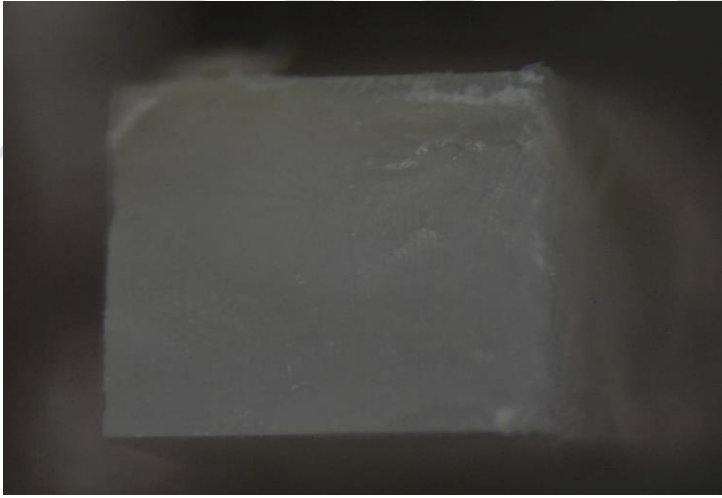
Süre	Bonding	N	Adesif	Miks	Kohesif	
					Kompozit	Dentin
30	Total	10	3	1	4	2
	Self	10	3	2	3	2
60	Total	10	2	1	4	3
	Self	10	3	0	4	3
Kontrol	Total	10	3	2	4	1
	Self	10	3	2	3	2

**Tablo 4.10. %10 Genipinin farklı sürelerde uygulanması sonrasında kırılma tiplerinin dağılımı**

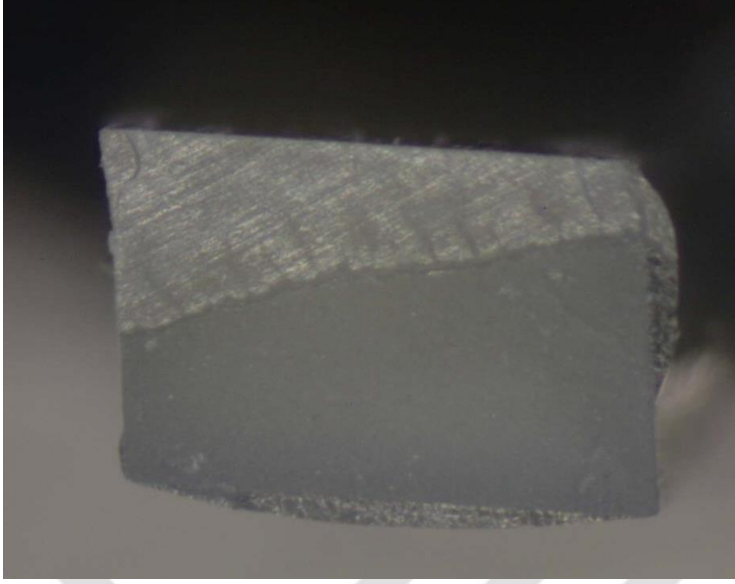
Süre	Bonding	N	Adesif	Miks	Kohesif	
					Kompozit	Dentin
30	Total	10	3	1	4	2
	Self	10	4	1	4	1
60	Total	10	2	1	5	2
	Self	10	3	1	5	1
Kontrol	Total	10	3	2	4	1
	Self	10	3	2	3	2



**Şekil 4.1. Dentinde Görülen Koheziv Başarısızlık ( 30 sn Total-Etch )**



**Şekil 4.2. Adeziv/mix Başarısızlık (60 sn Total-Etch )**



**Şekil 4.3. Kompozitle Görülen Koheziv Başarısızlık ( 30 sn Self-Etch )**

## 5. TARTIŞMA

Diş dokularının karmaşık yapıları ve bu dokuların farklı kimyasal ajanlara, ısı, basınç gibi değişken etkilere maruz kalması sebebiyle diş hekimliği uygulamalarında kullanılan restoratif materyallerin geliştirilmesi zorunluluğu ortaya çıkmıştır. Kullanılan materyallerin diş sert dokularına adezyonla bağlanması, bağlanmayı artıracak ve sürekliliğini sağlayacak yöntem ve maddelerle ilgili çalışmalar, her gün birçok yenilik ve uygulamayı diş hekimliği literatürüne kazandırmaktadır. Yapılan çalışmalar, bağlayıcı sistemlerin performanslarını; dentin yüzeyinin pürüzlendirilmesi, reçine infiltrasyonunun sağlanması ve reçine-dentin bağlantısının gerçekleştirilmesi ile belirlenebileceğini belirtmiştir. Dentinin reçineye bağlanması ile; mikrosızıntının azalması, hassasiyetin olmaması, retansiyonun artması ve çürüğe karşı direncin artması istenmektedir (Walshaw ve McComb, 1996; Van Meerbeek ve ark., 1998a).

Restoratif diş hekimliğinin en önemli konularından biri olan bağlayıcı sistemler uzun yıllardır araştırılmış ve hala araştırılmaya devam edilmektedir. Bu araştırmaların hedeflenen, diş dokusu ile restoratif materyal arasındaki adeziv bağı geliştirmektir. Böylece, diş yapısının korunması ve restorasyonların klinik sürelerinin uzun olması mümkün olacaktır (Rueggeberg, 1991). Son yıllarda adeziv içerikli dolgu materyalleri dişlerde kırık restorasyonları, koruyucu reçine restorasyonları gibi çok geniş bir adeziv uygulama alanı içermektedir. (Bordin-Aykroyd ve ark., 1992; Nor ve ark., 1996; Araujo ve Garcia-Godoy, 1997; Uekusa ve ark., 2006).

Bağlayıcı sistemlerin üzerine yapılan klinik çalışmalar üzerine uygun yöntemler bulunmasına rağmen, çalışmaların oldukça zaman alması, maliyetinin ve iş yükünü fazla olması çalışmanın zorluklarını ortaya koymaktadır. Klinik araştırmaları, zaman ve hasta takibi açısından da oldukça zor olup, stres nedeniyle kaynakalanan oral kavitedeki başarısızlığın gerçek nedeni açıklanamamaktadır (Perdigao, 2002; Van Meerbeek ve ark., 2003). Bu sebeple, in vivo çalışmalarda sonuçları üzerine etkisi olan ve kontrol mümkün olmayan faktörler de mevcuttur. Manüplasyon, ortam nemi ve örnek seçimi çalışma sonuçlarını olumsuz etkileyebilir (Mason ve ark., 1996). Laboratuvar testleri ile değişkenlerin birini değerlendirirken, diğer değişkenleri sabit kalmaktadır. Testler genellikle kolay, hızlı ve ucuzdur (Van Meerbeek ve ark., 2003). Laboratuvar

arařtırmalarının tercih edilmesinin en önemli nedeni, üreticilerin daha bir materyal üzerindeki çalışmalar bitmeden yeni bir materyali deneyerek piyasaya sürmeleri ve materyallerin kullanımının çok çabuk eskimesidir. Materyallerin klinik özelliklerini belirleyebilmek için, üreticiler laboratuvar çalışmalarına yoğunlaşmışlardır. Günümüzde yapılan çalışmalarda, bağlayıcıların fiziksel dayanımlarını ortaya koymakta kullanılan en etkili yöntemin in vitro bağlanma testleri olduđu, bağlayıcıların klinik performansını önceden tahmin etmek ve bu performanslarını geliřtirmek için in vitro testlerin vazgeçilmez olduđu anlaşılmaktadır. Ürünün kalite kontrolü ve dentin bağlayıcıların geliřimine katkıda bulunan bu testler sıklıkla kullanılmaktadır. Mason ve ark.'ları (1996) da, kullandıkları dört adet bağlayıcı sistemi in vivo ve in vitro kořullar altında hazırlanan örneklerdeki, bağlanma dayanımını, makaslama kuvveti kullanarak karşılařtırmışlardır. Çalışmanın sonucu olarak klinik ve laboratuvar sonuçları arasında bulguların birbirine çok yakın olduđu görülmüş ve in vitro testlerin sonuçlarının güvenilir olduđu belirlenmiştir.

Tutunmanın en önemli kilometre taşlarından başlıcası adeziv teknolojisidir. Adezivin uygulama yüzeyindeki hazırlıklar kadar, adezivlerin kendilerine ait özellikleri de sonuç üzerinde etki sahibidir. Viskozite, bir sıvının molekülleri arasındaki iç sürtünme nedeniyle akmaya karşı gösterdiđi dirençtir. Adezivin akmaya karşı gösterdiđi direnç de adezivin viskozitesidir. Viskozite akışkanlığın tersidir (viskozite= 1/akışkanlık). Oda sıcaklığında suya kıyasla daha zor yayılan (viskozitesi daha yüksek olan) adezivlerin akışkanlığı ısıtıldıkça artar, diđer bir deyişle viskozitesi azalır.

Adeziv materyallerin bağlanma dayanım testlerinde; ağız ortamını taklit eden in vitro şartların tam olarak oluşturulmasında; dentin yüzeyinin ıslaklığı, pulpal basınç ve dentin tabakasının kalınlığı oldukça önemlidir. Bağlayıcının amacı, restoratif materyalle diř dokuları arasında sıkı adaptasyonu sağlamaktır. Mine ve dentin yapısında ki farklılıklardan dolayı bunu başarmak zordur. Mine de mineral yapısı baskınken; dentinde su ve organik materyal mineye oranla fazladır. Dentinin nemli ve organik yapısı bağlanmayı karmaşıklařtırır. Çürükten etkilenmiş dentindeki kanallarda mineral birikmesi sonucu da bağlanma zorlařır. Çürüksüz servikal bölgeler hipermineralize dentin ve denatüre kollajen içerdiđi için yine ideal bağlanma deđerleri elde edilemez.

Dentinin derin tabakalarında kanalcık sayısı ve geniřliđi arttıđı için burada nem artar.

Bu nedenle derin dentinden elde edilen bağlanma dayanım deđerleri yüzeyel dentinden elde edilen deđerlere göre daha düşüktür. Ayrıca asit uygulaması da kanalcıklar içindeki

sıvının pulpadan yüzeye doğru hareketini sağlayarak bağlanmayı olumsuz etkilemektedir.

Adezivin, mine ve dentine bağlanma etkinliğinin ölçülmesi için farklı metodlar kullanılabilir. Bağlanma dayanımı, makro ya da mikro test yöntemleri ile ölçülebilir. Yöntem belirlenmesi, bağlanma alanının büyüklüğüne bağlıdır. Makro bağlanma dayanımı, büyük bağlanma yüzeyleri için kullanılan yöntemdir, “shear”, “tensile” ya da “push-out” protokolü ile uygulanabilir.

Günümüzde mikrogerilim bağlanma dayanım ( $\mu$ GBD) testleri en sık kullanılan laboratuvar testleridir. Tek başına bağlanma dayanım değerlerinin materyalin özelliklerini tam olarak yansıtmadığı unutulmamalıdır. Elde edilen veriler deneysel etkenlere bağlıdır. Kompozitin tipi, uygulanan kuvvet oranı, örnek büyüklüğü ve geometrisi, test metodu elde edilen verileri etkileyebilir. Bu nedenle deneylerin sonuçları karşılaştırılırken, sonuçların bu parametrelerden etkilenebileceği unutulmamalıdır. Bağlanma dayanımı testlerinden önemli klinik verilerde elde edilir.

İn vivo testlerde bilinen bazı zorluklar sebebiyle, araştırmacılar daha çok çekilmiş dişler üzerine gerçekleştirilen in vitro çalışmalara yönelmişlerdir. Yalnız in vitro çalışmalarda dikkat edilmesi gereken faktörler bulunmaktadır. Bu faktörlerin başında standardizasyon gelir. Pashley ve ark. 1995 yılında, dentine bağlanma çeşitlerinde adezyon testlerinin öncü olan çalışmalarından itibaren kaydettiği düzenli gelişmeleri gösterdiğini ve bağlanma kuvveti testlerinin standardize edilmesine yönelik çalışmalar başlatılmıştır. Bu arada testlerin sonuçlarını etkileyecek çok sayıda değişken tespit edilmiştir. Materyallerin diş dokusu üzerinde adezyonu test edildiğinde bu değişkenler de dikkate alınmalıdır. Eğer adezyon araştırmasındaki parametreler standardize edilmez ise, büyük varyasyonlar oluşmasına sebebiyet verir ve sonuçları diğer çalışmalarda karşılaştırmak mümkün olmaz. Versluis ve ark.’larına göre, değişkenleri standardizasyon etmek amacıyla 1994 yılında ISO standardı tebliğ edilmesine rağmen, bu standartlar pek fazla dikkate alınmamaktadır. Buna sebep olarak ise araştırmacıların hiçbir standarda bağlı kalmamaları veya standartların yeterince anlatılmaması olabileceğini bildirmişlerdir.

Genellikle yeni bağlayıcı sistemler, uzun süreli klinik çalışmalar gerçekleştirilmeden önce ürün piyasaya sürülmekte ve diş hekimleri ise yeni bir malzeme seçiminde in vitro çalışma sonuçlarına atıf yapmaktadırlar (Mason ve ark., 1996; Hansen ve Asmussen, 1997). İn vitro makaslama bağlanma kuvveti testlerinin,



farklı bağlayıcı sistemler uygulanması, reçine esaslı dolgu malzemelerinin karşılaştırılması ve analizinde yeterli olduğu anlaşılmıştır (Mason ve ark., 1996; Hansen ve Asmussen, 1997; Lopes ve ark., 2002). Gerçekleştirilen in vitro çalışmalarında standartlarada tam olarak uymak çok zor olduğu anlaşılmıştır (Al- Salehi ve Burke, 1997). Bu sebeple farklı araştırma teknikleri çoğunlukla aynı malzemede değişik sonuçlar ile elde edilebilmekte ve bu nedenle klinik performansı tahmin edilmesini zorlaştırmaktadır. Bu sebeple in vitro ve in vivo çalışma sonuçları beraber analiz edilmelidir (Van Noort, 1994).

In vitro çalışmalarda, diş dokusunda uygulanan adezyon testlerinde genellikle insan ve sığır dişleri kullanılmaktadır. Sığır dişler ise boyutlarının büyük olması ve bu sayede daha geniş bir çalışma alanı sağlaması nedeniyle tercih edilmişlerdir. (Rueggberg, 1991). Ancak Mason ve ark.'ları (1996), bu iki diş türü arasında dentin yapıları farklı olmasından bu tür çalışmalarda insan dişi kullanılması gerektiğini bildirmişlerdir.

ISO ya göre testlerde, sadece çürüksüz ve restore edilmemiş insan dişleri tercih edilmelidir. Çekilmiş insan dişlerinden bir başka konu ise süt veya sürekli diş kullanımıyla ilgilidir. Sürekli dişlere bağlanmayla yapılan çalışmalara literatürde oldukça sık rastlanırken, süt dişlerinde ise bağlanma üzerine yapılan çalışmalar daha az bulunmaktadır (Bordin-Aykroyd ve ark., 1992; Nor ve ark., 1996; Araujo ve Garcia-Godoy, 1997; Uekusa ve ark., 2006). Mason ve ark.'ları (1996), Swift ve ark. 'ları (1997), Almuammar ve ark.'ları (2001), Gallo ve ark.'ları (2001a) gibi sürmüş, çürüksüz 20 yaş dişleri ile; Bordin-Aykroyd ve ark.'ları (1992), Elkins ve Mc Court (1993), Salama (1994), Araujo ve Garcia-Godoy (1997) gibi çürüksüz süt 2. molar dişleri kullanılmıştır.

Dentin canlı bir doku olarak kabul edildiğinden, çürük gibi herhangi bir etkiye maruz kaldığında, tamir dentini oluşturarak bu etkiye karşı bir reaksiyon oluşturmaktadır. Bu sebeple, ister süt ve isterse sürekli olsun, çürüklü dişler reçine-dentin ara yüzeylerinin analizlerinin yapılmasında uygun modeller değildir (Nor ve ark., 1996). Çürük ve sklerotik dentinde bulunan bağlanmayı tespit etmek oldukça zordur. Bu tarz diş dokularına bağlanma üzerine fazla çalışma olmasa da, bağlanmayı standartlara uygun hale getirmek oldukça zordur. Kaaden ve ark.'ları (2002), bu zorluklar sebebiyle çalışmalarında çürüksüz molar dişleri tercih ettiklerini belirtmişlerdir. Nakajima ve ark'ı (1999), çürükte etkilenmiş dentinin, normal dentine göre daha yumuşak ve hibrit

tabakalarının kalınlığının, normal dentindekienden daha fazla olduğunu bildirmiştir. Araştırmacılar, bunun nedeninin, çürükten etkilenmiş dentinde, intertübüler alanın kısmen demineralize olması ve böylece geçirgenliğinin artması olduğunu belirtmişlerdir. Benzer şekilde Shashikiran ve ark. 2002’de, süt ve sürekli dişlerde reçine-dentin ara yüzeylerinin değerlendirilmesinde ideal bir model olmadığını, zira bu yapılarda çürüğün farklı ilerleme süreçlerinden etkilendiğini ve sonuçların güvenilirlik düzeylerinin düşük olacağını belirtmiştir.

Bağlanma kuvveti testlerini etkileyen diğer bir önemli parametre ise, çekilen dişlerin kullanılana kadar muhafaza edilme şartlarıdır. Rueggeberg (1991), bağlayıcı sistemlerin etkinliklerinin araştırdığı çalışmada, çekilen dişleri muhafaza etmek için farklı solüsyonlar kullanmıştır. Araştırmalarda, en çok tercih edilen solüsyonlar arasında timol içeren distile su, musluk suyu, deiyonize su, steril salin ve formalin örnek olarak gösterilebilir. Bu solüsyonlardan hangisinin kullanılması gerektiği tam olarak kesin değildir. Aquilino ve ark.’ları (1987), % 0,05 oranında timol içeren distile suda muhafaza edilen dişlerle, yalnız distile suda saklanan dişler arasında bağlanma kuvvetleri arasında herhangi bir fark olmadığını bildirmişlerdir.

Bağlanma testlerinde kullanılmak üzere seçilen dişlerin, çekimden sonra solüsyonda bekletilme süreleri önemlidir. Williams ve Svare (1985), % 0,05 timollü distile suda bulunan numunelerde, 3 ay ve 5 yıllık süreçlerde çekim sonrası bekletme zamanları arasında dentine bağlanma kuvvetlerinde anlamlı bir fark olmadığını bildirmişlerdir. Benzer çalışmalar gerçekleştiren Stackhouse ve ark. (1986), bağlanma testleri için uygun gördükleri 2 saat ve 28 gün saklanan örneklerin dentine bağlanma kuvvetlerinde geçmişte yapılan çalışmalara paralel olarak anlamlı farklar olmadığını belirtmişlerdir. Mitchem ve Gronas (1986) ise, bağlayıcı sistemlerin dentine bağlanma kuvvetlerinde çekim sonrası sürenin dikkate alınmayacak düzeyde etkisi olduğunu bildirmişlerdir. Birçok çalışmada, çekim sonrasındaki ilk 20 dakikadan sonra bağlanma kuvvetinin etkilemediği ortaya konmuştur. Araştırmaların gösterdikleri bulgular ışığında dişin çekiminden sonra geçen zamanın mine veya dentine bağlanma üzerine herhangi bir anlamlı etkisi olmadığını ortaya koyulmasına rağmen yaklaşık altı aylık saklama süresinden sonra çalışmalar arasında paralellik sağlanacağı düşünülmektedir (Rueggeberg, 1991). Bu sonuç sayesinde ve Triolo ve Swift (1992), Staninec ve Kawakami (1993) ve Agostini ve ark.’larının (2001) çalışmalarına uygun olarak,

çalışmalarda numune olarak kullanılan çekilmiş dişler en fazla altı ay bekletilmesi öngörülmüştür.

Bağlanma kuvveti testleriyle ilgili çalışmalar incelendiğinde, örneklerin yüzey preparasyonlarının da büyük farklılıklar gösterdiği görülmektedir. Rueggeberg (1991), bu konu ile ilgili çeşitli çalışmaları incelemiş ve farklı çalışmalarda yüzey preparasyonu için silikon karbit zımpara, elmas diskler, alüminyum diskler, karbit frezler ve elmas frezler gibi yöntemler kullanılarak, diş yüzeylerine uygulanan son bitirme işleminde 4/0-600 gride kadar değişebilen zımparaların kullanıldığını bildirilmiştir. Son dönemde 1500 grid zımparanın kullanıldığı çalışmalara da rastlanmaktadır (Senawongse ve ark., 2004). Çalışmamızda dentin yüzeylerinin hazırlanmasında, ısı artışı önlemek amacıyla su soğutmalı elmas disk ve kesit alma cihazı kullanılmış; yüzey bitirme işlemleri için ise homojen bir smear tabakası oluşturmak amacıyla 300, 600 ve 800 grid'lik silikon karbit zımparaların kullanılması tercih edilmiştir.

Bağlanma kuvveti testlerinde dolgu malzemesinin bağlandığı yüzey alanının kullanımı için kesin bir değer olmamasına rağmen, 3-10 mm çapındaki alanların kullanılması tavsiye edilmiştir (Pashley ve ark., 1995). Dişlerin dentin yüzeylerinin pürüzlülüğü de düşünülerek, dentin yüzeyinde 3 mm çapında reçine bloklar ile makaslama bağlanma kuvveti testleri uygulanmıştır.

Williams ve Svare (1985), yüzey preparasyonu sonrasında, restoratif materyal kullanımına kadar olan sürecin önemli bir parametre olabileceğini ifade etmişlerdir. Rueggeberg (1991) ise, bağlayıcı sistemin, klinik ortamların sağlandığı koşullardaki gibi preparasyondan hemen sonra uygulanmasını önermiştir, böylece dentin yüzeylerinin, saklama solüsyonu içindeyken çözünen maddelerle herhangi bir şekilde teması da önlenmiş olacağını bildirilmiştir (Pashley ve ark., 1995). Bu gibi faktörler göz önünde alındığında restoratif işlemleri dentin yüzeyinin hazırlanmasından hemen sonra gerçekleştirdik.

Restoratif işlemlerin tamamlanmasından sonraki aşamada bağlanma testlerinin ne zaman gerçekleştirildiği de önem arz etmektedir. Price ve Hall (1999), yaptıkları çalışmada altı bağlayıcı sistemin, 10 dakika ve 24 saat sonraki makaslama kuvvetlerine direncini incelemişlerdir. Çalışmanın sonucunda 10 dakika sonraki bağlanma kuvvetlerinin 24 saat sonraki bağlanma kuvvetlerine göre anlamlı olarak daha az olduğunu ifade etmişlerdir. Klinikte, dentin bağlayıcı sistem seçiminde, 24 saat sonraki bağlanma kuvvetini belirleyici faktör olarak göz önüne alması gerektiği bildirmişlerdir.

Kullanılan bağlayıcı sistemlerin bağlanma kuvvetlerinin ilk 24 saat içerisinde işlevinin arttığı bilinmektedir. Örneğin, SBMP'nin teknik ürün broşüründe; birinci dakikadaki bağlanma kuvveti 10 MPa iken, 1 saat sonunda ise değer 24 MPa'ya çıktığı ifade edilmiştir (Price ve Hall, 1999). Bu nedenlerle çalışmamızda, bağlayıcı sistemlerin uygulanması ve restorasyonun tamamlanmasından sonra, örnekler 24 saat bekletildikten sonra test edilmiştir.

Bağlayıcı sistem üreticileri, bu sistemlerden en üst düzeyde performans elde edilebilmesi için özel uygulama yöntemleri önermektedir. Bu önerilere uyulmaması istenmeyen sonuçlar doğurabilir. Bu nedenle kullanıcılar, üretici firma tavsiyelerine uymaları gerekir (Swift, 1998; Tyas ve Burrow, 2004). Bu tür hatalı uygulama sonucu, retansiyon azalması, mikrosızıntı ve postoperatif hassasiyet oluşabilmektedir (Garcia-Godoy ve Donly, 2002). Araştırmacıların daha çok dentin bağlayıcıların bağlanma kuvvetlerini üzerine yaptıkları çalışmalarında, uygulama hatalarından kaynaklanan adeziv performansta dramatik düşüslere neden olduğunu ve üretici firma tavsiyelerine sıkı sıkıya uymanın olumlu ile sonuçlar alınabileceğini bildirmişlerdir (Frankenberger ve ark., 2000; Tyas ve Burrow, 2004).

Tipik bir in vitro bağlanma testinde dişlerin oklüzal yüzeyi aşındırılarak bağlayıcı sistem uygulanır. Reçine esaslı dolgu malzemesinden hazırlanan blok aşındırılmış olan yüzeye bağlayıcı sistemler ile bağlanır ve bu bloğa makaslama veya çekme bağlanma kuvveti testleri uygulanır. Bu testler arasında en çok tercih edinileni ve standardize edilebileni makaslama ve germe gerilimi testleridir ((Barkmeier ve Cooley, 1992; Pashley ve ark., 1995, Al-Salehi ve Burke, 1997). Makaslama gerilimi testleri ile elde edilen sonuçlar, çekme gerilimi testlerinde elde edilen sonuçlara göre oldukça yüksektir. Bununla birlikte makaslama kuvvetlerinin klinik ortamı daha iyi temsil ettiği kabul edilmektedir (Cardoso ve ark., 1998). Bunun sebebi olarak ise çekme testlerinin oldukça kritik olması gösterilebilir. Eğer dikkatli olunmazsa örnekler üzerinde fazla bir tork kuvveti mevcut olur ve bağlanma kuvveti değerleri düşüş gerçekleşir (Sano ve ark., 1994). Sano ve ark.'ları (1995), çekme bağlanma kuvvetinin bağlanma alanı ile ters orantı ile değiştiğini bildirerek, küçük bağlanma yüzeyinde, günümüzde de sık kullanılan mikrogerilim test metodunu önermişlerdir. Mikrogerilim test metodunun tek bir diş üzerindeki ortalama adezyon kuvvetinin tahmin edilmesi, yüzey üzerindeki alanların test edilebilmesi ve düzensiz yüzeylerin adezyon değerlerinin ölçülebilmesi

gibi avantajlarının yanısıra özel ekipmanlar gerektirmesi, uygulanmasının oldukça zor olması, 5 MPa'dan küçük adezyon değerlerinin ölçülebilirliğinin düşük olması ve diş örneklerinin ince olmaları nedeniyle kısa sürede tahribata uğramaları gibi dezavantajları bulunmaktadır (Pashley ve ark., 1995).

Reçine-dentin ara yüzeyi ve bağlanma kuvveti çalışmaları sadece kullanılan bağlayıcı sistemlerine dayandırılmaması gerekir. Al-Salehi ve Burke (1997), bağlanma kuvveti testleriyle ilgili yaptığı çalışmalarında testlerdeki parametre dağılımlarını açıklamışlardır. Buna göre; bu testlerde yaklaşık olarak % 88 inde insan dentini kullanımının tercih edildiğini, dişlerin % 70'inin molar dişler olduğunu, dişlerin % 86 sında çalışma gerçekleştirilene kadar su veya salinde bekletildiğini, testlerin % 68 inde restoratif işlemlerden 24 saat sonra gerçekleştirildiğini, testlerin % 96'sında Instron cihazının kullanıldığını, % 8'inde termal siklus uygulandığını (% 82'sinde uygulanıp uygulanmadığı belirtilmemiş) ve % 80 oranında makaslama testinin uygulandığını tespit etmişlerdir.

Dentine bağlanma iki ara yüzey arasında oluşturulur. Birincisi, dentin/adeziv ara yüzeyi; ikincisi de, adeziv/reçine ara yüzeyidir. Bağlayıcı sistem ve reçine esaslı dolgu maddesinin kimyasal yapılarındaki benzerlikten dolayı, adeziv/reçine ara yüzeyindeki bağlanma kuvveti dentin/adeziv ara yüzeyindeki bağlanma kuvvetinden daha yüksek olduğu bilinmektedir (Al Quahtani ve ark., 2003). Reçine esaslı dolgu malzemeleri polimerizasyon sırasında büzüldüklerinden, bağlayıcı sistemle diş arasında, reçineyi diştten ayıracak kuvvete direnç gösterebilecek bir bağ oluşması gerekir. Reçine esaslı dolgu malzemeleri, polimerizasyon esnasında 7 MPa'a kadar diş üzerinde gerilmeye neden olmaktadır (Davidson ve De Gee, 1984; Davidson ve ark., 1984). Kopmaları, mikro sızıntıyı önlemek ve polimerizasyon esnasında ortaya çıkan kuvvetlere engel olabilmek için ise bağlanma kuvvetlerinin 17-24 MPa olması gerektiği çeşitli çalışmalarda rapor edilmiştir (Davidson ve ark., 1984; Munksgaard ve ark., 1985; Feilzer ve ark., 1987; Pashley ve ark., 1993; Jumlongras ve White, 1997; El Kalla ve Garcia-Godoy, 1998).

Doku mühendisliğinde, reçine infiltrasyonunun sağlanabilmesi için, demineralize dentin matrisinin taşıyıcı olarak kullanıldığı tek alandır. Günümüzde, reçine-dentin bağı hidrofilik reçine monomerlerinin infiltrasyonu ile sağlansa da, kurulan bu bağlanma mükemmel değildir (Breschi L ve ark 2008). Zira dentin kanallarındaki sıvı hareketleri ve kanalların karmaşık anastomozları, reçine

infiltrasyonunu engelleyerek yetersiz bağlanmaya neden olmaktadır (Hashimoto M 2010). Yetersiz reçine infiltrasyonu sonucu açığa çıkmış dentin kollagen fibrilleri denatürasyona uğramakta ve uzun dönemde siklik fatig sonucu bozulmaktadır (Pashley DH ve ark. 2004). Bozulan kollagen matrinden boşalan alanlar su ile dolarak, hem reçine matrisinin esterazlarla hem de endojen veya eksojen kollajenik enzimlerle kollajen matrisin hidrolizine neden olmaktadır (Sano H, ve ark. 1995). Bu durumun engellemesi dentin bağlayıcıların gelişiminde en önemli aşama olacaktır.

Reçine-dentin bağınyı koruyabilmek için günümüzde birçok deneysel strateji geliştirilmiştir. Reçine hidrolizini engelleyebilmek için esteraza dirençli hidrofilik reçine geliştirilmeye çalışılmıştır. Reçine degradasyonu doğrudan su abzorbsiyonu ile ilgili olduğundan, kamforokinon gibi hidrofobik fotoinisiatörün, hidrofilik adesife ilavesi, ortamdaki sıvı nedeniyle optimal polimerizasyonu sağlayamamaktır. Bu nedenle, QTX [2-hydroxy-3-(3,4-dimethyl-9-oxo-9H-thioxanthen-2-yloxy)-N,N,N-trimethyl-1-propanaminium chloride], TPO [diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)-phosphine oxide ve sodium acylphosphine oxide gibi hidrofilik foto başlatıcılar kullanılmıştır. Bu yeni fotoinisiatörler, başlangıçta reçine-dentin bağınyın direncinin armasını sağladığı gibi, heterojeniteyi ve nanofaz seperasyonunu da azaltmıştır. Ancak bu ilaveler reçine monomerin, demineralize dentin matrisine infiltrasyonunu artırmamaktadır (Hayakawa T ve ark 2005; Ye Q ve ark 2009a) .

Reçine dentin bağınyı koruyabilmek için geliştirilemeye çalışılan bir başka strateji ise kollajenolitik enzim inhibitörlerinin kullanılmasıdır. Matris metalloproteinazları reçinenin infiltre olmamış dentin kollajenlerininin degradasyonuna neden olmakta ve kollajen matrisin mekanik özelliklerini azaltmaktadır (Zhang SC, Kern M 2009). Dentin adesivinin uygulanmasından önce, demineralize kollajen matrise, matris metalloproteinaz inhibitörleri uygulaması, reçine dentin bağınyın sürekliliğinin artırılabilceği düşünölmüştür (Tezvergil-Mutluay A, ve Ark, 2010a). Bu amaçla klorheksidin, Galardin, poivinilfosforik asit ve benalkonyum klorit kullanılmıştır. Çeşitli yöntemlerle uygulanan bu ajanlar reçine-dentin bağınyın sürekliliğini artırsa da toksik etkileri nedeni ile rutin kullanımları mümkün olmamıştır.

Reçine-dentin bağınyın sürekliliğini koruyabilmek amacıyla, son yıllarda glutraldehit, genipin, proantosianidin, karbodimid gibi kollajen çapraz bağlayıcı ajan kullanımı gündeme gelmiştir. Bu ajanların uzun süre uygulanması (1 saatten uzun) demineralize dentinin kollajen matrisinin mekanik direncinin artırılabilceği ve bu yolla

reçine-dentin bağının sürekliliğinin artırılabilceği düşünölmektedir (Al-Ammar A, ve Ark 2009; Bedran-Russo AK, ve Ark, 2009,2010; Castellan CS ve Ark, 2010a,b). Bu in vitro çalıřmalar kollagen çapraz bağlayıcı ajanların kısa dönemde dentin kollagenlerinin mekanik özelliklerini iyileştirebileceğini, kollajenazın enzimatik degradasyonuna hassasiyeti azalttığını ve reçine-dentin arayüzünün stabilitesini artırdığını kanıtlamıştır. Ancak bakteriyel kollagenazların neden olabileceği degradasyonu engelleyip engelleyemeceği ise şüphelidir.

Kollagen çapraz bağlayıcı bir ajan olan gluteraldehit, özellikle dikkati çekmiş ve birçok çalıřma yürütölmüştür. Ancak gluteraldehitin, kollagen çapraz bağ oluşumunu artırma kapasitesine rağmen sitotoksik etkileri tartışma konusu olmuştur. Bizim çalıřmamızda doğal kollagen çapraz bağlayıcı olan genipinin farklı konsantrasyon ve sürelerde uygulamasından sonra, total etch ve self etch dentin bağlayıcı sistemlerin kullanılmasının, dentine bağlanma kapasitelerine etkisi araştırılmıştır.

Çalıřmamızda genipin farklı konsantrasyonlarda 30 ve 60 saniye süre ile uygulanmıştır. Günümüze kadar yapılan çalıřmalarda kollagen çapraz bağlayıcı ajanlar bir saatten daha uzun sürelerde ve düşük konsantrasyonlarda kullanılmıştır. Ancak uzun uygulama süreleri klinikte mümkün olmayacağı aşıkardır. Bu nedenle klinikte uygulanabilecek makul süreleri oluşturabilmek amacıyla genipin uygulama süresi 30 ve 60 saniye olarak belirlenmiştir.

Genipinin 60 saniye uygulamasından sonra gerek self etch gerekse total etch dentin bağlayıcı kullanımı kontrol grubu ile karşılaştırıldığında dentine bağlanma değerlerinde anlamlı artış sağlamaktadır. % 2.5 konsantrasyonunda genipin %5 ve %10 konsantrasyonuna göre bağlanmada daha etkindir. Bu bulgular Al Ammar ve ark (2009) bulguları ile çeliřmektedir. Al Ammar çalıřmasında total etch dentin bağlayıcı kullanmış ve dentini 15 saniye fosforik asit ile muamele ettikten sonra %0,5 konsantrasyonunda genipin uygulamıştır. Bizim çalıřmamızda ise asit uygulamasından önce genipin uygulanmıştır. Gerek uygulama önceliğindeki, gerek konsantrasyon farkı nedeni ile bu çeliřkinin ortaya çıktığı düşünölmelidir.

Genipin uygulaması ile dentin kollageninin stabilizasyonu % 80 oranında artmaktadır (Bedran-Russo ve Ark 2007). Genipin Gardenia jasminoides Ellis meyvesinden elde edilen genoposid bir bileşiktir. Geleneksel Çin tıbbında iridoit bileşikleri kullanılmaktadır. Genipinin biyolojik dokulardaki etki mekanizması ise

günümüze kadar açıklığa çıkarılamamıştır. Fujikawa ve ark (1987) göre genipin, amino asitlere etki ederek nitrojeniridoit oluşturmakta ve dehidratasyon ile aromatik monomerler ortaya çıkmaktadır. Genipin, lizin, hidroksilisin veya argininlerin serbest amino grupları ile reaksiyona girerek, kollagen molekülünün kendi içinde ya da komşu kollagen molekülleri ile intra yada intermoleküler çapraz bağ oluşturmaktadır (Sung ve ark 2003). Al Ammar ve ark.(2009) a göre düşük konsantrasyonda genipin reaksiyonu yavaş olmakta ve bu nedenle bağlanma dayanımında fark oluşturmamaktadır. Gerçekten de Bedran-Russo ve Ark (2007) yaptıkları çalışmada ağırlıkça % 0.625 konsantrasyonunda genipinin 40 saat uygulamasından sonra reçinenin dentine bağlanma dayanımında anlamlı fark gözlemlemişlerdir. Bizim çalışmamızda Genipin konsantrasyonunu arttırılmış (%2,5; %5; %10) ve uygulama süresi kısaltılmış böylece anlamlı farklılıklar ortaya çıkmıştır. Yalnızca genipinin 30 saniye uygulamasından sonra total etch dentin bağlayıcı kullanılması, kontrol grubu ile karşılaştırıldığında dentine bağlanma dayanımını etkilememiştir. Ancak burada da %2.5 konsantrasyonunda genipinin uygulaması ile elde edilen bağlanma dayanımı değeri ( $36,22 \pm 9,36$  MPa) rakamsal olarak kontrol grubundan ( $30,47 \pm 4,07$  MPa) büyüktür ve elde edilen istatistiksel anlamsız fark sınırdadır.



## 6. SONUÇLAR

- 1- Dentin bağlayıcı uygulanmasından önce doğal bir kollagen çapraz bağlayıcı olan Genipin kullanımı, reçinenin dentine bağlanma dayanımına olumlu etki etmektedir.
- 2- Dentin bağlayıcının genipin le birlikte uygulanması, bağlayıcı tipinden ve genipin konsantrasyonundan bağımsız olarak reçinenin dentine bağlanma dayanımını artırmaktadır.
- 3- En yüksek bağlanma dayanımı self etch adesifle birlikte %2.5 genipinin 60 saniye süre ile uygulanması ile elde edilmiştir.
- 4- Genipin konsantrasyonunun artırılması reçinenin dentine bağlanma dayanımında etkili değildir.
- 5- Genipin uygulama süresinin artırılması ile reçinenin dentine bağlanma dayanımı doğru orantı ile artmaktadır.

## KAYNAKLAR

- Abdalla, A.I., Davidson, C.L. (1998). Bonding efficiency and interfacial morphology of one-bottle adhesives to contaminated dentin surfaces. *Am J Dent.*,**11**, 281-5.
- Al-Ammar A, Drummond JL, Bedran-Russo AK (2009). The use of collagen cross-linking agents to enhance dentin bond strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 91:419-424.
- Altay, N., Akça, T. (2002). In vitro bağlantı kuvveti ölçme testlerinin değerlendirilmesi. *Hacettepe Dişhekimliği Fakültesi Dergisi.*,**26**, 32-8.
- Antonio, Nanci. (2003). Ten Cate's Oral Histology Development, Structure and Function, Chapter 1. Sixth Edition, Mosby.
- Avery, J.K., 1988. Oral Development and Histology. B.C. Dekker Inc.Toronto, Philadelphia.
- Bedran-Russo AK, Pereira NR, Duarte WR, Drummond JL, Yamauchi M (2007) Application of Crosslinkers to Dentin Collagen Enhances the Ultimate Tensile Strength. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 80B: 268–272.
- Bedran-Russo AK, Pereira PN, Duarte WR, Drummond JL, Yamauchi M. Application of crosslinkers to dentin collagen enhances the ultimate tensile strength. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater* 2007;80:268–272.
- Bedran-Russo AK, Vidal CM, Dos Santos PH, Castellan CS (2010). Longterm effect of carbodiimide on dentin matrix and resin-dentin bonds. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 94:250-255
- Bedran-Russo AK, Yoo KJ, Ema KC, Pashley DH (2009). Mechanical properties of tannic-acid-treated dentin matrix. *J Dent Res* 88:807-811.

- Begue-Kirn, C., Krebsbach, P.H., Bartlett, J.D., Butler, W.T., (1998) Dentin sialoprotein, dentin phosphoprotein, enamelysin and ameloblastin: tooth-specific molecules that are distinctively expressed during murine dental differentiation. *Eur. J. Oral Sci.* 106, 963–970
- Bouillaguet, S., Virgillito, M., Wataha, J., Ciucchi, B., Holz, J. (1998). The influence of dentine permeability on cytotoxicity of four dentine bonding systems in vitro. *Journal Of Oral Rehabilitation.*,**25**, 1, 45–51.
- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E (2008). Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater* 24:90-101.
- Brodsky, B., Tanaka, S., Eikenberry, E.F., (1988). X-ray diffraction as a tool for studying collagen structure. In: Nimni, M.E. (Ed.), Collagen: vol. I, Biochemistry. CRC Press, Boca Raton, FL, p. 5v.
- Cardoso, P.E.C., Braga, R.R., Carrilho, M.R.O. (1998). Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater.*,**14**, 394–8.
- Castellan CS, Pereira PN, Grande RH, Bedran-Russo AK (2010a). Mechanical characterization of proanthocyanidin-dentin matrix interaction. *Dent Mater* 26:968-973.
- Castellan CS, Pereira PN, Viana G, Chen SN, Pauli GF, Bedran-Russo AK (2010b). Solubility study of phytochemical cross-linking agents on dentin stiffness. *J Dent* 38:431-436.
- Chadwick, R.G., Mason, A.G., Sharp, W.(1998). Attempted evaluation of three porcelain repair systems--what are we really testing? *J Oral Rehabil.*,**25**, (8), 610-5.

- Cheung DT, Perelman N, Ko EC, Nimni ME: Mechanism of crosslinking of proteins by glutaraldehyde. III. Reaction with collagen in tissues. *Connect Tissue Res* 1985; 13: 109–115
- Coelho, Santos, M.J., Santos, G.C. Jr., Nagem, Filho, H., Mondelli, R.F., El-Mowafy O. (2004). Effect of light curing method on volumetric polymerization shrinkage of resin composites. *Oper Dent.*,**29**, (2):157-61.
- Craig, R.G., Powers, J.M.(2002). Mechanical Properties. Restorative Dental Materials.(11th ed). St. Louis: Mosby Inc; 67-116.
- Dahl, T., Sabsay, B., Veis, A., (1998) Type I collagen–phosphoryn interactions: specificity of the monomer–monomer binding. *J. Struct. Biol.* 123, 162–168.
- Davidson, C.L., de Gee, A.J. (1984). Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. *J Dent Res.*,**63**, (2), 146-8.
- Dayangaç, B. (1992). Kompozit Reçine Restorasyonlar 2000; Liebenberg W.F. *Quintessence int.*, Raskin A. Setco J.C.Clin Oral Invest 2000-4 .
- De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M., Van Meerbeek, B. (2005). A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *Journal Of Dental Research.*,**84**, 2, 118–32.
- Della Bona, A., Van Noort, R. (1995). Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res.*,**74**, (9), 1591-6.
- Edward, J.S. (2002). Dentin Enamel Adhesives: Review of the literature. *Pediatric Dentistry.*,**24**, (5), 456–61.
- Eick, J.D., Gwinnett, A.J., Pashley, D.H., Robinson, S.J. (1997). Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med.*,**8**, (3), 306-35.
- El Zohairy, A.A., De Gee, A.J., Mohsen, M.M., Feilzer, A.J. (2003). Microtensile bond strength testing of luting cements to prefabricated CAD/CAM ceramic and composite blocks. *Dent Mater.*,**19**, (7), 575-83.

- Filho, A.M., Vieira, L.C., Araujo, E., Monteiro, Junior S. (2004). Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont.*, 13(1), 28-35.
- Fogel, H.M., Marshall, F.J., Pashley, D.H. (1998). Effects of distance from the pulp and thickness on the hydraulic conductance of human radicular dentin. *J DentRes.*, 67, (11): 1381-5.
- Fritz, U.B., Finger, W.J., Uno, S. (1996). Resin-modified glass ionomer cements: bonding to enamel and dentin. *Dent Mater.*, 12, (3), 161-6.
- Frujikawa S, Yokota T, Konga K, Kumada J. (1987) The continuous hydrolysis of geniposide to genipin using immobilized betaglucosidase on calcium alginate gel. *J Biotechnol Lett*; 9: 697–702.
- Fusayama, T. (1993). Ideal cavity preparation for adhesive composites. *Asian J Aesthet Dent.*, 1, (2), 55-62.
- Garberoglio, R., Brännström, M.(1976). Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch. Oral Biol.* 21,355–362.
- Ghassemeieh, E. (2008). Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dental Geometries.*, 24, 536-54.
- Goldberg, M., Takagi, M., (1993). Dentine proteoglycans: composition, ultrastructure and functions. *Histochem. J.* 25, 781–806
- Goracci, G., Mori, G. (1996). Scanning electron microscopic evaluation of resin dentin and calcium hydroxide-dentin interface with resin composite restorations. *Quintessence Int.*, 27, (2):129-35.

- Habelitz, S., Balooch, M., Marshall, S.J., Balooch, G., Marshall, Grayson W. (2002). In situ atomic force microscopy of partially demineralized human dentin collagen fibrils. *Journal of Structural Biology* 138, 227–236.
- Han B, Jaurequi J, Tang BW, Nimni ME. Proanthocyanidin: A natural crosslinking reagent for stabilizing collagen matrices. *J Biomed Mater Res* 2003;65A:118–124
- Hashimoto M (2010). A review—micromorphological evidence of degradation in resin-dentin bonds and potential preventional solutions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 92:268-280.
- Hayakawa T, Kikutake-Sugiyama K, Nemoto K (2005). Efficacy of water soluble photoinitiator on the adhesion of composite resin to bovine teeth in all-in-one bonding system. *Dent Mater J* 24:213-218.
- Hosoya, Y. (1994). Resin Adhesion To The Ground Young Permanent Enamel: Influence Of Etching Times and Thermal Cycling Test.(1994). *J Clin Pediatric Dentistry.*, 18, (2), 118–22.
- Hume, W.R. (1994). Influence of dentine on the pulpward release of eugenol or acids from restorative materials. *Journal Of Oral Rehabilitation.*, 21, 469–473.
- Inoue, S., Van Meerbeek, B., Abe, Y., Yoshida, Y., Lambrechts, P., Vanherle, G., Sano, H. (2001a). Effect of remaining dentin thickness and the use of conditioner on microtensile bond strength of a glass-ionomer adhesive. *Dent Mater.*, 17, (5), 445-55.
- ISO/TS 11405. (2003). -Testing of adhesion to tooth structure. *Dental Materials.*, pp:18-25, 2nd ed, Geneva, Switzerland.
- Itthagarun, A., Tay, F.R. (2000). Self-contamination of deep dentin by dentin fluid. *Am J Dent.*, 13, (4), 195-200.

- Jacques, P., Hebling, J. (2005). Effect Of Dentin Conditioners On The Microtensile Bond Strength Of A Conventional And A Self Etching Primer Adhesive System. *Dental Materials.*,**21**, 103–109.
- Kato, G., Nakabayashi, N. (1996). Effect of phosphoric acid concentration on wetbonding to etched dentin. *Dent Mater.*,**12** (4):250-5.
- Kinney JH, Pople JA, Marshall GW, Marshall SJ. (2001) Collagen orientation and crystallite size in human dentin: a small angle X-ray scattering study. *Calcified Tissue International*; **69** :31–7.
- Marshall, G.W., Balooch, M., Kinney, J.H., Marshall, S.J. (1997). The dentin substrate structure and properties related to bonding. *Journal OfDentistry.*,**25**, 6, 441–58.
- Nakabayashi, N.(1985). Bonding of restorative materials to dentine: the present status in Japan. *Int Dent J.*,**35**, (2), 145-54.
- Nakabayashi, N., Kojima, K. and Masuhara E. (1982) The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.*,**16**, (3):265-273.
- Nakabayashi, N., Pashley, D. (1998). Evolution Of Dentin Resin Bonding. Hybridization of Dental HardTissues. *Osaka, Quintessence PublishingCo, Inc.*, 1–20.
- Nakajima, M., Sano, H., Burrow, M., Tagami, J., Yoshiyama, M., et al. (1995). Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. *J Dent Res.*,**74**, 1679-88.
- Nimni, M.E., Harkness, R.D., 1988. Molecular structures andfunctions of collagens. In: Nimni, M.E. (Ed.), *Collagen: vol. I,Biochemistry*. CRC Press, Boca Raton, FL, pp. 1–79.
- Oilo, G. (1993). Bond strength testing-what does it mean? *Int Dent J.*,**43**, (5), 492-8.

- Özok, A.R., Wu, M.K., Wesselink, P.R. (2002). Comparison of the in vitro permeability of human dentine according to the dentinal region and the composition of the simulated dentinal fluid. *J Dent.*,**30**, (2-3): 107-111.
- Parry, D.A.D., Craig, A.S., 1988. Collagen fibrils during development. In: Nimni, M.E. (Ed.), *Collagen*. CRC Press, Boca Raton, FL, pp.1–20.
- Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, *et al.* (2004). Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 83:216-221.
- Pashley, D.H, Carvolho, R.M. (1997). Dentin Permeability And Dentin Adhesion. *Journal Of Dentistry.*,**25**, (5), 355–72.
- Pashley, D.H., 1991. Clinical correlations of dentin structure and function. *J. Prosthet. Dent.* 66, 777–781.
- Pashley, D.H., Carvalho, R.M., Sano, H., Nakajima, M., Yoshiyama, M., Shono, Y., *et al.* (1999). The microtensile bond test: a review. *J Adhens.*;**1**, (4), 299-309.
- Pashley, D.H., Ciucchi, B., Sano, H., Horner, J.A. (1993). Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int.*,**24**, (9), 618-31.
- Pashley, D.H., Sano, H., Ciucchi, B., Yoshiyama, M., Carvalho, R.M. (1995). Adhesion Testing Of Dentin Bonding Agents: A Review. *Dental Materials.*,**11**, 2, 117–125.
- Perdigao, J., Lambrechts, P., van Meerbeek, B., Tome, A.R., Vanherle, G., Lopes, A.B., (1996). Morphological field emission–SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dent. Mater.* 12, 262–271.
- Perdigão, J., Lopes, M. (1999). Dentin bonding-state of the art. *Compend Contin Educ Dent.*,**20**, (12), 1151-58.
- Prockop, D.J., Fertala, A., (1998). The collagen fibril: the almost crystalline structure. *J. Struct. Biol.* 122, 111–118.



- Qin Q-H, Swain MV. (2004) A micro-mechanics model of dentin mechanical properties. *Biomaterials*; **25** :5081–90.
- Qin, QH., Swain., M.V. (2004). A micro-mechanics model of dentin mechanical properties. *Biomaterials.*, **25**, (20), 5081-90.
- Reis, A.F., Oliveria, M.T., Giannini, M., De Goes, M.F., Rueggeberg, F.A. (2003). The effect of organic solvents on one bottle adhesives bond strength to enamel and dentin. *Oper Dent.*, **28**, (8), 700-6.
- Ritter AV, Swift EJ, Jr, Yamauchi M. Effects of phosphoric acid and glutaraldehyde-HEMA on dentin collagen. *Eur J Oral Sci* 2001;109:348–353.
- Roberson, T.M., Heymann, H.O., Swift, E. (2002). *Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry*. Mosby.
- Ross, M.H., Pawlina, W. (2006) *Histology A text and Atlas*. 5th Ed. Baltimore: Lippincott Williams & Wilkins. P.149-154
- Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Russell CM, Pashley DH (1995). Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. *J Dent Res* 74:1093-1102.
- Sano, H., Shono, T., Takatsu, T., Ciucchi, B., Carvalho, R., Pashley, D.H. (1994). Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength - Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.*, **10**, 236-240.
- Schreiner, R.F., Chappell, R.P., Glaros, A.G., Eick, J.D. (1998). Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater.*, **14**, (3), 194-201.
- Shono, Y., Ogawa, T., Terashita, M., Carvalho, R.M., Pashley, E.L., Pashley, D.H. (1999). Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res.*, **78**, (2), 699-705.

- Soderholm, K.J. (1991). Correlation of in vivo and in vitro performance of adhesive restorative materials: a report of the ASC MD 156 Task Group on Test Methods for the Adhesion of Restorative Materials. *Dent Mater.*,**7**, (2), 74-83. Review.
- Stangel, I., Ellis, T.H., Sacher, E. (2007). Adhesion to tooth structure mediated by contemporary bonding systems. *Dent Clin North Am.*,**51**, (3), 677-94.
- Stavridakis, M.M., Krejci, I., Magne, P. (2005). Immediate dentin sealing of onlay preparations: Thickness of precured dentin bonding agent and effect of surface cleaning. *Oper Dent.*,**30**, (6), 747-57.
- Sudsangiam, S., van Noort, R. (1999). Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J Adhes Dent.*,**1**, (1), 57-67.
- Summit, J.B., Robbins, J.W., Hilton, T.J., Schwartz, R.S. (2006). *Fundamentals of Operative Dentistry: A contemporary approach*. Third Edition. Quintessence Publishing Co Inc, UK.
- Sung HS, Chang WH, Ma CY, Lee MH. (2003) Cross-linking of biological tissues using genipin and/or carbodiimide. *J Biomed Mater Res*; 64A : 427–438.
- Swift, E.J. Jr. (1994). Analysis of dental adhesive systems using scanning electron microscopy. *Int Dent J.*,**44**, (4), 349-59.
- Tagami, J., Tao, L., Pashley, D.H., Horner, J.A. (1989). The permeability of dentine from bovine incisors in vitro. *Arch Oral Biol.*,**34**, (10):773-7.
- Tanumiharja, M., Burrow, M.F., Tyas, M.J. (2000). Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater.*,**16**, (3), 180-7.
- Tay, F.R., Pashley, D.H. (2001). Aggressiveness of contemporary selfetching systems I: Depth of penetration beyond smear layers. *Dental Materials.*,**17**, (4), 296–308.

- Telles, P.D.S., Machoda, M.A.A., Nör, J.E. (2001). SEM study of a selfetching primer adhesive system used for dentin bonding in primary and permanent teeth. *Pediatric Dentistry*, **23**, (4), 315–20.
- Tezvergil-Mutluay A, Agee KA, Hoshika T, Carrilho M, Breschi L, Tjaderhane L, *et al.* (2010a). The requirement of zinc and calcium ions for functional MMP activity in demineralized dentin matrices. *Dent Mater* 26:1059-1067.
- van der Rest M, Garrone R. (1991). Collagen family of proteins. *FASEB J.*, Oct; **5**(13), 2814-23.
- Van Meerbeek, B., De Munck, J., Mattar, D., Van Landuyt, K., Lambrechts, P. (2003b). Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent.*, **28**, (5), 647-60.
- Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., Vanherle, G. (2003a). Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. *Oper Dent.*, **28**, (3), 215-35.
- Van Meerbeek, B., Inokshi, S., Braem, M., Lambrechts, P., Vanherle, G. (1992). Morphological aspects of the resin-dentin interfusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res.*, **71**, (8), 1530-40.
- Van Meerbeek, B., Perdigao, J., Gladys, S., Lambrechts, P., Vanherle, G. (1996). Enamel and dentin adhesion. Schwartz RS, Summitt JB, Robbins JW. *Fundamentals of Operative Dentistry. A Contemporary Approach*. Quint Pub. Company Co, Inc Illinois., 141-186.
- Van Meerbeek, B., Perdigão, J., Lambrechts, P., Vanherle, G. (1998). The clinical performance of adhesives. *J Dent.*, **26**, (1), 1-20.
- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., De Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.*, **26**, (2), 100-21.

- Van Meerbeek, B., Varas, S., Inoue, S., Yoshida, Y., Peuans, M., Lambrechts, P. (2001). Adhesives And Cements To Promote Preservation Dentistry. *Operative Dentistry*,**26**, 119–144.
- Versluis, A., Tantbirojn, D., Douglas, W.H. (1997). Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res.*,**76**, (6), 1298-307.
- Walter R, Miguez PA, Arnold RR, Pereira PN, Duarte WR, Yamauchi M *Caries Res.* (2008). Effects of natural cross-linkers on the stability of dentin collagen and the inhibition of root caries in vitro. *Caries Res.* 42:263-268.
- Wess, T.J., Orgel, J.P., (2000). Changes in collagen structure: drying,dehydrothermal treatment and relation to long term deterioration.*Thermochim. Acta* 365, 119–128.
- Ye Q, Park J, Topp E, Spencer P (2009a). Effect of photoinitiators on the *in vitro* performance of a dentin adhesive exposed to simulated oral environment. *Dent Mater* 25:452-458.
- Yoshida, Y., Van Meerbeek, B., Nakayama, Y., Snauwaert, J., Hellemans, L, Lambrechts, P., Vanherle, G., Wakasa, K. (2000). Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *Journal OfDental Research.*,**79**, (2), 709–14.
- Yoshiyama, M., Carvalho, R., Sano, H., Horner, J., Brewer, P., Pashley, D. (1996). Regional bond strengths of resins to human root dentine. *J Dent.*,**24**, (6), 435-42.
- Zhang SC, Kern M (2009). The role of host-derived dentinal matrix metalloproteinases in reducing dentin bonding of resin adhesives. *Int J Oral Sci* 1:163-176.

## HAM VERİLER

### Adper Easy One Self Etch

### Adper Single Bond

Kontrol Grubu Self-Etch	Kontrol Grubu Total-Etch
22.5 Mix	19.0 Adesif
35.5 Kompozit	25.6 Mix
27.7 Adesif	18.6 Kompozit
19.3 Adesif	25.8 Kompozit
32.7 Dentin	27.5 Kompozit
23.8 Kompozit	19.9 Mix
42.3 Dentin	22.6 Adesif
28.2 Mix	32.3 Adesif
37.5 Kompozit	21.2 Kompozit
35.5 Adesif	28.9 Dentin

**Adper Easy One Self Etch****Adper Single Bond**

<b>30 sn Self-Etch</b>			<b>30 sn Total-Etch</b>		
<b>%2.5 Genipin</b>	<b>%0.5 Genipin</b>	<b>%10 Genipin</b>	<b>%2.5 Genipin</b>	<b>%0.5 Genipin</b>	<b>%10 Genipin</b>
25.4 Komposit	33.3 Dentin	26.2 Adesif	36.2 Komposit	22.6 Komposit	51.2 Dentin
29.8 Komposit	27.3 Komposit	35.7 Komposit	22.3 Komposit	21.8 Komposit	32.2 Komposit
51.1 Adesif	26.1 Adesif	43.5 Dentin	30.4 Mix	23.8 Komposit	27.8 Adesif
33.7 Komposit	24.9 Mix	46.4 Komposit	29.6 Komposit	31.0 Dentin	29.3 Mix
45.3 Adesif	20.2 Adesif	25.4 Adesif	27.7 Komposit	21.8 Mix	20.8 Adesif
36.7 Komposit	36.4 Dentin	38.7 Adesif	34.5 Adesif	15.3 Adesif	31.4 Komposit
44.2 Adesif	19.0 Komposit	34.6 Mix	31.7 Adesif	46.8 Dentin	23.3 Adesif
39.6 Dentin	33.1 Komposit	42.7 Komposit	21.3 Komposit	19.0 Adesif	21.7 Komposit
54.3 Dentin	27.0 Mix	38.2 Adesif	19.1 Mix	24.5 Adesif	28.1 Dentin
47.7 Adesif	21.8 Adesif	36.0 Komposit	38.Dentin	36.0 Komposit	18.5 Komposit

**Adper Easy One Self Etch****Adper Single Bond**

<b>60 sn Self-Etch</b>			<b>60 sn Total-Etch</b>		
<b>% 2.5 Genipin</b>	<b>% 05 Genipin</b>	<b>% 10 Genipin</b>	<b>% 2.5 Genipin</b>	<b>% 05 Genipin</b>	<b>% 10 Genipin</b>
36.7 Kompozit	22.2 Adesif	46.2 Adesif	32.1 Dentin	19.0 Kompozit	39.7 Dentin
25.6 Kompozit	28.1 Kompozit	37.6 Kompozit	34.0 Adesif	10.1 Kompozit	28.5 Kompozit
41.1 Adesif	47.1 Dentin	55.2 Adesif	23.7 Kompozit	22.3 Adesif	33.4 Adesif
29.4 Mix	34.8 Adesif	37.8 Kompozit	18.5 Kompozit	27.6 Adesif	22.1 Kompozit
33.1 Adesif	30.2 Kompozit	32.5 Kompozit	27.1 Adesif	26.4 Dentin	31.0 Dentin
21.7 Kompozit	26.2 Kompozit	41.0 Adesif	13.8 Kompozit	20.6 Kompozit	26.9 Kompozit
37.8 Dentin	29.5 Kompozit	29.7 Kompozit	22.6 Adesif	33.2 Dentin	.5 Adesif
25.7 Adesif	37.7 Adesif	33.4 Mix	21.9. Mix	30.1 Dentin	19.7 Kompozit
39.Dentin	46.8 Dentin	26.6 Kompozit	33.3 Dentin	20.1 Kompozit	30.1 Mix
24.0 Kompozit	42.3 Dentin	48.2 Dentin	18.3 Mix	26.6 Mix	29.3 Kompozit

**%2.5 Genipinin farklı sürelerde uygulanması sonrasında kırılma tiplerinin dağılımı**

Süre	Bonding	n	Adesif	Miks	Kohesif	
					Kompozit	Dentin
30	Total	10	2	2	5	1
	Self	10	4	0	4	2
60	Total	10	3	2	3	2
	Self	10	3	1	4	2
Kontrol	Total	10	3	2	4	1
	Self	10	3	2	3	2

**%5 Genipinin farklı sürelerde uygulanması sonrasında kırılma tiplerinin dağılımı**

Süre	Bonding	n	Adesif	Miks	Kohesif	
					Kompozit	Dentin
30	Total	10	3	1	4	2
	Self	10	3	2	3	2
60	Total	10	2	1	4	3
	Self	10	3	0	4	3
Kontrol	Total	10	3	2	4	1
	Self	10	3	2	3	2



**%10 Genipinin farklı sürelerde uygulanması sonrasında kırılma tiplerinin dağılımı**

Süre	Bonding	n	Adesif	Miks	Kohesif	
					Kompozit	Dentin
30	Total	10	3	1	4	2
	Self	10	4	1	4	1
60	Total	10	2	1	5	2
	Self	10	3	1	5	1
Kontrol	Total	10	3	2	4	1
	Self	10	3	2	3	2

## ETİK KURUL KARARI

