



T.C.  
SÜLEYMAN DEMİREL ÜNİVERSİTESİ  
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ  
RESTORATİF DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

**TİTANYUM DİOKSİT NANOTÜPLERİN, DÜŞÜK VİSKOZİTE  
BULK FİLL AKIŞKAN KOMPOZİT REZİNLERİN SU EMİLİMİ  
VE SUDA ÇÖZÜNÜRLÜK ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

**Mustafa Kutay KARACA**  
**UZMANLIK TEZİ**

**Danışman**  
**Dr. Öğr. Üyesi Özge KAM HEPDENİZ**

**Bu Tez Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri  
Koordinasyon Birimi tarafından TDH-2018-6820 proje numarası ile  
desteklenmiştir.**

**ISPARTA-2019**

## KABUL ve ONAY SAYFASI

Süleyman Demirel Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dekanlığı'na;  
Süleyman Demirel Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi **Restoratif Diş Tedavisi Ana Bilim Dalı Uzmanlık Eğitimi** çerçevesinde yürütülmüş olan bu çalışma, aşağıdaki jüri tarafından **Uzmanlık Tezi** olarak kabul edilmiştir.

Adı Soyadı: Mustafa Kutay Karaca

Uzmanlık Tez Savunma Tarihi: 24.04.2019

Tezin Adı: Titanyum Dioksit Nanotüplerin, Düşük Viskosite Bulk Fill Akışkan Kompozit Rezinlerin Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Özelliklerine Etkisi

Üye : Prof. Dr. R. Banu ERMİŞ  
Süleyman Demirel Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi,  
Restoratif Diş Tedavisi Ana Bilim Dalı

Üye : Doç. Dr. Osman Tolga HARORLI  
Akdeniz Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi,  
Restoratif Diş Tedavisi Ana Bilim Dalı

Tez Danışmanı : Dr. Öğr. Üyesi Özge KAM HEPDENİZ  
Süleyman Demirel Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi,  
Restoratif Diş Tedavisi Ana Bilim Dalı

ONAY: Bu uzmanlık tezi, Fakülte Yönetim Kurulu'nca belirlenen yukarıdaki jüri üyeleri tarafından uygun görülmüş ve kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Timuçin BAYKUL

Dekan

## 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 çalışması ile elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara kaynak gösterdiğime ve bu kaynakları da kaynaklar listesine aldığımı, yine bu tezin çalışılması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını beyan ederim.

*“Titanyum Dioksit Nanotüplerin, Düşük Viskozite Bulk Fill Akışkan Kompozit Resinlerin Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Özelliklerine Etkisi”* adlı uzmanlık tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Tıp Fakültesi Tez Yazım Kılavuzu’na uygun olarak hazırlanmıştır.

### Tezi Hazırlayan

Mustafa Kutay KARACA

İmza

### Danışman

Dr. Öğr. Üyesi Özge KAM HEPDENİZ

İmza

## ÖNSÖZ

Uzmanlık eğitimim süresince ve tez çalışmamın her aşamasında büyük sabır ve titizlikle bana yardımcı olan ve yol gösteren, bilgi birikimi ve deneyimleri ile yolumu aydınlatan, her alanda kendisinden çok şey öğrenip örnek aldığım, her konuda anlayış ve hoşgörüsüyle desteğini esirgemeyen, hayata bakış açısı ve enerjisi ile bana rehber olan çok değerli tez danışmanım ve hocam saygıdeğer Dr. Öğr. Üyesi Özge Kam Hepdeniz'e,

Uzmanlık eğitimim boyunca çok değerli fikirleriyle bana yol gösteren, hiçbir zaman bilgi ve tecrübelerini benden esirgemeyen, anlayışı ve hoşgörüsü ile bana her zaman destek olan değerli hocam Anabilim Dalı Başkanımız sayın Prof. Dr. Rabia Banu Ermiş'e,

Tez jürimde bulunmayı kabul eden değerli hocam Doç. Dr. Osman Tolga Harorlu'ya,

Uzmanlık eğitimim ve tez çalışmam sırasında benden desteğini esirgemeyen, saygıdeğer hocalarım; Dr. Öğr. Üyesi U. Burak Temel, Dr. Öğr. Üyesi Günseli Katırcı ve Dr. Öğr. Üyesi Muhittin Uğurlu'ya,

Tez çalışmamın her aşamasında bana desteğini esirgemeyen, samimiyet ve içtenliğiyle hep yanımda hissettiğim, enerjisi ile bana rehber olan sevgili hocam Dr. Öğr. Üyesi Banu Esencan Türkaslan'a

İstatistik değerlendirmedeki katkılarından dolayı Süleyman Demirel Üniversitesi Tıp Fakültesi Temel Tıp Bilimleri Bölümü Biyoistatistik Anabilim Dalı öğretim üyesi saygıdeğer hocam Dr. Öğr. Üyesi Osman Gürdal'a,

TDH-2018-6820 numaralı uzmanlık projemi destekleyen Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne,

Tez çalışmamın Burdur'daki üretim kısmında bana her zaman yardımcı olan ve pozitif enerjisi ile bana rehber olan hocam sayın Öğr.Gör. Orhan Yavuz'a,

Her an yanımda olan, destekleriyle beni mutlu eden çok değerli arkadaşlarım; Uzm. Dt. Mehmet Güvenç, Uzm. Dt. Özlem Seçkin Kelten, Dt. Mustafa Kayacan, Dt. Almıla Öğüt, Dt. Tunay Çiçek, Dt. Coşkun Kutlu ve bütün dostlarıma,

Laboratuvar çalışmalarındaki katkılarından dolayı Salih Akyürekli'ye,

İhtiyacım olan her an yanımda olan, desteğini her zaman yanımda hissettiğim sevgili arkadaşım Burak Coşkun'a,

Tez çalışmalarım sırasında yardım ve desteklerinden dolayı Gülnihal Şahin, Havva Çiftçi, Hakkı Kanra ve Azize Gencer'e,

Her koşulda arkamda olup bana destek veren, daima daha iyiye ulaşma çabası içinde olmamı sağlayıp bana başarıma gücü veren, sahip olduğum her şeyi borçlu olduğum sevgili annem Nilgün Karaca ve babam Kadir Karaca'ya,

Sevgi ve saygılarımı sunarak içtenlikle teşekkür ederim.

**Mustafa Kutay KARACA**



## İÇİNDEKİLER

<b>KABUL ve ONAY SAYFASI</b> .....	<b>ii</b>
<b>BEYAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>ÖNSÖZ</b> .....	<b>iv</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>vi</b>
<b>SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ</b> .....	<b>xi</b>
<b>TABLolar DİZİNİ</b> .....	<b>xiv</b>
<b>ŞEKİLLER DİZİNİ</b> .....	<b>xvi</b>
<b>RESİMLER DİZİNİ</b> .....	<b>xvii</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
<b>2. GENEL BİLGİLER</b> .....	<b>4</b>
2.1. Nanoteknoloji ve Diş Hekimliği.....	4
2.2. Diş Hekimliğinde Kullanılan Nanopartiküller .....	5
2.2.1. Antimikrobiyal Nanopartikül Metaller .....	5
2.2.1.1. Gümüş .....	5
2.2.1.2. Bakır .....	5
2.2.1.3. Altın.....	5
2.2.2. Antimikrobiyal Nanopartikül Metal Oksitler .....	6
2.2.2.1. Bakır Oksit .....	6
2.2.2.2. Çinko Oksit .....	6
2.3. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) .....	7
2.3.1. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> )’in Genel Özellikleri .....	7
2.3.2. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> )’in Etki Mekanizmaları .....	8
2.3.3. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> )’in Kristal Yapısı.....	10
2.3.3.1. Nanopartikül.....	11
2.3.3.2. Nanofiber.....	11
2.3.3.3. Nanotel .....	11
2.3.3.4. Nanotüp .....	12
2.3.4. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp Sentez Yöntemleri .....	12
2.3.4.1. Sol-Jel Yöntemi.....	13
2.3.4.2. Hidrotermal Yöntem .....	14
2.3.4.3. Solvotermal Yöntem .....	15
2.3.5. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Yüzey Karakterizasyonu .....	16

2.3.5.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) .....	16
2.3.5.2. X-Işını Kırınım Difraktometresi (XRD) .....	17
2.3.5.3. Enerji Dağılımı Spektrometresi (EDS) .....	18
2.3.5.4. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR).....	19
2.4. Kompozit Rezinerler .....	20
2.4.1. Dental Kompozitlerin Bileşimi .....	20
2.4.1.1. Organik Faz .....	20
2.4.1.1.1. Dimetakrilatlar .....	21
2.4.1.1.2. Diluent Monomerler .....	21
2.4.1.2. İnorganik Faz .....	22
2.4.1.3. Ara Faz .....	22
2.4.1.4. Polimerizasyon İnhibitörleri.....	23
2.4.1.5. İnisiyatör / Akseleratör .....	23
2.4.1.6. UV Stabilizatörleri .....	24
2.4.2. Kompozit Rezinerlerin Sınıflandırılması.....	24
2.4.2.1. Polimerizasyon Yöntemlerine Göre Kompozit Rezinerler .....	25
2.4.2.1.1. Kimyasal Olarak Polimerize Olan Kompozit Rezinerler .....	25
2.4.2.1.2. Görünür Işıqla Polimerize Olan Kompozit Rezinerler .....	25
2.4.2.1.3. Hem Kimyasal Hem de Işık ile Polimerize Olan Kompozit Rezinerler.....	25
2.4.2.2. İnorganik Doldurucu Partikül Büyüklüklerine Göre Kompozit Rezinerler .....	26
2.4.2.3. Viskozitelerine Göre Kompozit Rezinerler.....	29
2.4.2.3.1. Kondanse Olabilen (Paketlenebilir) Kompozit Reziner .....	29
2.4.2.3.2. Akışkan Kompozit Reziner .....	30
2.4.2.4. Bulk-Fill Kompozit Rezinerler.....	30
2.4.2.5. Kompozit Rezinerlerin Fiziksel Özelliklerinin Belirlenmesi.....	35
2.4.2.5.1. Su Emilimi .....	35
2.4.2.5.2. Suda Çözünürlük .....	36
2.4.2.5.3. Su Emilimi-Suda Çözünürlük Değerlendirme Yöntemleri .....	37
<b>3. GEREÇ VE YÖNTEM.....</b>	<b>39</b>
3.1. Çalışmada Kullanılan Restoratif Materyaller .....	39
3.2. Çalışmada Kullanılan Laboratuvar Malzemeleri.....	41
3.3. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüplerin Sentezlenmesi .....	42

3.4. Sentezlenen Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüplerin Fonksiyonlaştırılması ...	44
3.5. Fonksiyonlaştırılmış Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüplerin Karakterizasyonu .....	44
3.5.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımı Spektrometresi (EDS) .....	44
3.5.2. X-Işını Kırınım Difraktometresi (XRD) .....	45
3.5.3. Fourier Dönüştürümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) .....	46
3.6. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüplerin Kompozit Rezine ile Karıştırılması ....	47
3.7. Örneklerin Hazırlanması .....	47
3.8. Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Testleri .....	49
3.9. Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Hesaplamaları .....	50
3.10. İstatistiksel Değerlendirme .....	51
<b>4. BULGULAR .....</b>	<b>53</b>
4.1. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Tozuna Ait Yüzey Bulguları .....	53
4.1.1. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılımı Spektrometresi'ne Ait Bulgular .....	53
4.2. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüplerin Karakterizasyonuna Ait Bulgular .....	55
4.2.1. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılımı Spektrometresi'ne Ait Bulgular .....	55
4.2.2. X-Işını Kırınım Difraktometresi'ne Ait Bulgular .....	57
4.3. Fonksiyonlaştırılmış Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüplerin Karakterizasyonuna Ait Bulgular .....	59
4.3.1. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılımı Spektrometresi'ne Ait Bulgular .....	59
4.3.2. X-Işını Kırınım Difraktometresi'ne Ait Bulgular .....	61
4.3.3. Fourier Dönüştürümlü Kızılötesi Spektroskopisi'ne Ait Bulgular .....	62
4.4. Çalışmada Kullanılan Kompozit Rezine Ait Yüzey Bulguları .....	62
4.5. Fonksiyonlaştırılmış %1 Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüplerin Kompozit Rezine İle Edilmesinden Sonraki Materyallere Ait Yüzey Bulguları .....	68
4.6. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz Her Bir Kompozit Rezine Zamana Bağlı Su Emilimi Değerlerinin Değişimleri .....	74
4.7. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz Her Bir Kompozit Rezine Zamana Bağlı Suda Çözünürlük Değerlerinin Değişimleri .....	76
4.8. %1 Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İleveli Her Bir Kompozit Rezine Zamana Bağlı Su Emilimi Değerlerinin Değişimleri .....	79
4.9. %1 Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İleveli Her Bir Kompozit Rezine Zamana Bağlı Suda Çözünürlük Değerlerinin Değişimleri .....	81



4.10. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz Tüm Kompozit Rezinin Her Bir Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması.....	85
4.11. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz Tüm Kompozit Rezinin Her Bir Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması.....	86
4.12. %1 Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlaveli Tüm Kompozit Rezinin Her Bir Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması.....	87
4.13. %1 Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlaveli Tüm Kompozit Rezinin Her Bir Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması.....	87
4.14. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinin 1. Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması.....	90
4.15. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinin 7. Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması.....	90
4.16. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinin 14. Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması.....	93
4.17. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinin 21. Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması.....	94
4.18. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinin 1. Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması .....	95
4.19. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinin 7. Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması .....	96
4.20. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinin 14. Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması .....	98
4.21. Titanyum Dioksit (TiO <sub>2</sub> ) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinin 21. Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması .....	98
<b>5. TARTIŞMA .....</b>	<b>101</b>
5.1. Çalışmada Kullanılan Materyallerin Seçimi .....	101
5.2. Sentez Yönteminin Değerlendirilmesi .....	104
5.3. Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Yönteminin Değerlendirilmesi .....	106
5.4. Su Emilimine Ait Bulguların Değerlendirilmesi .....	107
5.5. Suda Çözünürlüğe Ait Bulguların Değerlendirilmesi .....	115
<b>6. SONUÇ.....</b>	<b>124</b>
<b>ÖZET.....</b>	<b>126</b>

<b>ABSTRACT</b> .....	<b>128</b>
<b>KAYNAKLAR</b> .....	<b>130</b>
<b>EKLER</b> .....	<b>145</b>
Ek 1. Özgeçmiş.....	145



## SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

$^{\circ}\text{C}$	: Santigrad derece
$\mu$	: Mikron
$\mu\text{g}$	: Mikrogram
$\mu\text{m}$	: Mikrometre
$\text{\AA}$	: Ångström
<b>AAM</b>	: Anodik alumina membran
<b>Ag</b>	: Gümüş
<b>Au</b>	: Altın
<b>Ba</b>	: Baryum
<b>BEI</b>	: Primer elektron görüntüsü
<b>Bis-EMA</b>	: Etoksilenmiş bisfenol-A glikol dimetakrilat
<b>Bis-GMA</b>	: Bisfenol-A glisidil metakrilat
<b>C</b>	: Karbon
$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_{12}$	: Metakrilik asit
$\text{CaCl}_2$	: Kalsiyum klorür
<b>CEMA</b>	: N, N-siyanoetil-metilanilin
$\text{cm}^{-1}$	: Dalga sayısı aralık birimi
$\text{CO}_2$	: Karbondioksit
<b>CQ</b>	: Kamforokinon
<b>Cu</b>	: Bakır
$\text{Cu}_2\text{O}$	: Bakır oksit
<b>DMAEM</b>	: Dimetilamino etil metakrilat
<b>DNA</b>	: Deoksiribo Nükleik Asit
$e^-$	: Elektron
<b>EDMAB</b>	: Etil-4 dimetilaminobenzoat
<b>EDS</b>	: Enerji Dağılımı Spektrometresi
<b>EGDMA</b>	: Etilenglikol dimetakrilat
<b>Fe</b>	: Demir
<b>FTIR</b>	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
<b>GaN</b>	: Galyum nitrit

<b>Ge</b>	: Germanyum
<b>gr</b>	: Gram
<b>H<sup>+</sup></b>	: Hidrojen iyonu
<b>H<sub>2</sub>O</b>	: Su
<b>H<sub>2</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>7</sub></b>	: Hidrojen titanat
<b>HCl</b>	: Hidroklorik asit
<b>InP</b>	: İndiyum fosfat
<b>ISO</b>	: Uluslararası Standart Organizasyonu
<b>KBr</b>	: Potasyum bromür
<b>kV</b>	: Kilovolt
<b>Li</b>	: Lityum
<b>m</b>	: Kütle
<b>M</b>	: Molarite
<b>mg</b>	: Miligram
<b>ml</b>	: Mililitre
<b>mm</b>	: Milimetre
<b>MPTS</b>	: Metakriloksipropiltrimetoksisilan
<b>mW/cm<sup>2</sup></b>	: Santimetrekare başına miliwatt olarak düşen güç yoğunluğu
<b>Na<sub>2</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>7</sub></b>	: Sodyum titanat
<b>NaOH</b>	: Sodyum hidroksit
<b>-NH</b>	: Amin grubu
<b>Ni</b>	: Nikel
<b>nm</b>	: Nanometre
<b>O</b>	: Oksijen
<b>p</b>	: İstatistiksel anlamlılık düzeyi
<b>Pa</b>	: Pascal
<b>pH</b>	: Bir çözeltinin asitlilik veya alkalilik derecesi
<b>PMMA</b>	: Polimetil metakrilat
<b>Pt</b>	: Platin
<b>rpm</b>	: Bir dakika içerisinde gerçekleşen dönüş sayısı
<b>SDR</b>	: Smart Dentin Replacement
<b>SEM</b>	: Taramalı Elektron Mikroskobu

<b>-SH</b>	: Sülhidril grubu
<b>Si</b>	: Silisyum
<b>SiO<sub>2</sub></b>	: Silisyum dioksit
<b>Sr</b>	: Stronsiyum
<b>TEGDMA</b>	: Trietilen glikol dimetakrilat
<b>Ti</b>	: Titanyum
<b>TiO<sub>2</sub></b>	: Titanyum dioksit
<b>TTIP</b>	: Titanyum izopropoksit
<b>UDMA</b>	: Üretan dimetakrilat
<b>UV</b>	: Ultraviyole
<b>V</b>	: Hacim
<b>W</b>	: Watt
<b>w/w</b>	: Bir çözeltilinin 100 gramında bulunan ağırlıkça madde miktarı
<b>XRD</b>	: X-ışını Kırınım Difraktometresi
<b>Zn</b>	: Çinko
<b>ZnO</b>	: Çinko oksit
<b>Zr</b>	: Zirkonyum

## TABLolar DİZİNİ

<b>Tablo 1.</b> TiO <sub>2</sub> ile fotodegradasyona uğrayan patojenik organizmalar ve yapılar.....	9
<b>Tablo 2.</b> Çalışmada kullanılan akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezin materyalleri .....	41
<b>Tablo 3.</b> Örneklerin kompozit rezinlere ve TiO <sub>2</sub> ilavesine göre gruplandırılması.....	47
<b>Tablo 4.</b> Çalışmada Kullanılan Kompozit Rezinlerin Polimerizasyon Yöntemleri ..	49
<b>Tablo 5.</b> 3M Filtek Ultimate Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi .....	74
<b>Tablo 6.</b> 3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi .....	74
<b>Tablo 7.</b> Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi .....	75
<b>Tablo 8.</b> Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi.....	75
<b>Tablo 9.</b> Voco X-tra Base Flow kompozit rezininin zamana bağlı su emiliminin değişimi .....	76
<b>Tablo 10.</b> 3M Filtek Ultimate Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi.....	76
<b>Tablo 11.</b> 3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi.....	77
<b>Tablo 12.</b> Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi.....	78
<b>Tablo 13.</b> Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi.....	78
<b>Tablo 14.</b> Voco X-tra Base Flow kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi.....	79
<b>Tablo 15.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Ultimate Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi .....	79
<b>Tablo 16.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi .....	80
<b>Tablo 17.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi .....	80
<b>Tablo 18.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi .....	81
<b>Tablo 20.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Ultimate Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi.....	82
<b>Tablo 21.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi.....	82

<b>Tablo 22.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi .....	83
<b>Tablo 23.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi .....	83
<b>Tablo 24.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli Voco X-tra Base Flow kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi .....	84
<b>Tablo 25.</b> TiO <sub>2</sub> nanotüp ilavesiz kompozit rezinlerin her bir güne ait su emilimi değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması .....	85
<b>Tablo 26.</b> TiO <sub>2</sub> nanotüp ilavesiz kompozit rezinlerin her bir güne ait suda çözünürlük değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması .....	86
<b>Tablo 27.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli kompozit rezinlerin her bir güne ait su emilimi değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması .....	88
<b>Tablo 28.</b> TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli kompozit rezinlerin her bir güne ait suda çözünürlük değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması .....	89
<b>Tablo 29.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 1. güne ait su emilimi değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması .....	91
<b>Tablo 30.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 7. güne ait su emilimi değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması .....	92
<b>Tablo 31.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 14. güne ait su emilimi değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması .....	93
<b>Tablo 32.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 21. güne ait su emilimi değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması .....	94
<b>Tablo 33.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 1. güne ait suda çözünürlük değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması .....	95
<b>Tablo 34.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 7. güne ait suda çözünürlük değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması .....	97
<b>Tablo 35.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 14. güne ait suda çözünürlük değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması .....	99
<b>Tablo 36.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 21. güne ait suda çözünürlük değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması ...	100

## ŞEKİLLER DİZİNİ

<b>Şekil 1.</b> TiO <sub>2</sub> tozuna ait örneğin EDS sonucunun görüntüsü .....	53
<b>Şekil 2.</b> TiO <sub>2</sub> nanotübe ait örneğin EDS sonucunun görüntüsü .....	55
<b>Şekil 3.</b> TiO <sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin birinci XRD görüntüsü.....	58
<b>Şekil 4.</b> TiO <sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin ikinci XRD görüntüsü .....	58
<b>Şekil 5.</b> Fonksiyonlaştırılmış TiO <sub>2</sub> nanotübe ait örneğin EDS sonucunun görüntüsü.....	59
<b>Şekil 6.</b> Fonksiyonlaştırılmış TiO <sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin birinci XRD görüntüsü .....	61
<b>Şekil 7.</b> Fonksiyonlaştırılmış TiO <sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin ikinci XRD görüntüsü .....	61
<b>Şekil 8.</b> Fonksiyonlaştırılmış TiO <sub>2</sub> nanotübe ait örneğin FTIR spektrumu.....	62



## RESİMLER DİZİNİ

<b>Resim 1.</b> TiO <sub>2</sub> 'nin anataz, rutil ve brokit formlarının temsili görüntüsü.....	10
<b>Resim 2.</b> Çalışmada kullanılan akışkan kompozit rezin.....	40
<b>Resim 3.</b> Çalışmada kullanılan akışkan bulk-fill kompozit rezinler .....	40
<b>Resim 4.</b> Çalışmada kullanılan laboratuvar malzemeleri .....	42
<b>Resim 5.</b> Hassas terazi .....	43
<b>Resim 6.</b> Otomatik su beslemeli yüksek basınç buhar sterilizatörü .....	43
<b>Resim 7.</b> Ultrasonik banyo .....	44
<b>Resim 8.</b> Taramalı elektron mikroskobu .....	45
<b>Resim 9.</b> Enerji Dağılımı Spektrometresi.....	45
<b>Resim 10.</b> X-Işını kırınım difraktometresi .....	46
<b>Resim 11.</b> Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi.....	46
<b>Resim 12.</b> Kompozit rezinlere ait disk şeklindeki örnekler.....	48
<b>Resim 13.</b> Örneklerin hazırlanmasında kullanılan teflon kalıp .....	48
<b>Resim 14.</b> Kompozit rezinlerin polimerazyonunda kullanılan ışık cihazı.....	49
<b>Resim 15.</b> Çalışmada kullanılan dijital kumpas .....	50
<b>Resim 16.</b> Çalışmada kullanılan desikatör .....	50
<b>Resim 17.</b> TiO <sub>2</sub> tozuna ait örneğin yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri .....	54
<b>Resim 18.</b> TiO <sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri .....	56
<b>Resim 19.</b> TiO <sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri .....	57
<b>Resim 20.</b> Fonksiyonlaştırılmış TiO <sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri.....	60
<b>Resim 21.</b> 3M Filtek Ultimate Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri.....	63
<b>Resim 22.</b> 3M Filtek Ultimate Bulk Fill Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri.....	64
<b>Resim 23.</b> Dentsply Surefil SDR Flowable materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri.....	65
<b>Resim 24.</b> Venus Bulk Fill Flowable materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri.....	66
<b>Resim 25.</b> Voco X-tra Base Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri.....	67
<b>Resim 26.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Ultimate Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri .....	69

<b>Resim 27.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Ultimate Bulk Fill Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri .....	70
<b>Resim 28.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli Dentsply Surefil SDR Flowable materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri .....	71
<b>Resim 29.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus Bulk Fill Flowable materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri .....	72
<b>Resim 30.</b> %1 TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli Voco X-tra Base Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri.....	73



## 1. GİRİŞ

Restoratif diř hekimlięi; estetik ve doęal diř görünümünün kazanılmasını ve kaybedilen fonksiyonun yerine getirilmesini amaçlamaktadır. Estetięin ve fonksiyonun ana bileřenlerini; diřlerin doęal görünümleri ve hem komřu hem de karřı diřlerle olan kontur iliřkileri oluřturmaktadır. Bu doęrultuda, en az doku kaybı ile kaybedilen estetięin ve fonksiyonun saęlanması için geleneksel ve akıřkan kompozit rezinler geliřtirilmiřtir (1).

Akıřkan kompozit rezinler; restorasyonların bařarısızlıklarına neden olan mikro sızıntının engellenmesi, geleneksel kompozit rezinlerin altında stres kırıcı olarak kullanılması, restorasyondaki veya kenarlarındaki mikro çatlakların kapatılması ve preperasyon tabanındaki veya duvarlarındaki defektlerin kapatılması gibi endikasyonlara sahiptir (2). Bununla birlikte akıřkan kompozitlerin, düşük doldurucu ieriklerinden dolayı, geleneksel kompozitlerden daha fazla polimerizasyon büzülmesi ve daha düşük aşınma direnci gösterdikleri belirtilmiřtir (1).

Bulk-fill kompozit rezinler 4-6 mm'ye kadar tek basamakta kütle halinde uygulanabilen, hastaya ve hekime zaman tasarrufu saęlayarak restorasyon sürecini kolaylařtıran, tabakalar arası kontaminasyon ve hava bořluęu riskini azaltan, oksijen inhibisyonunun azalması sebebiyle polimerizasyonun daha etkili saęlandığı kompozitlerdir. Geleneksel kompozitlere alternatif olarak geliřtirilen bulk-fill kompozit rezinler, düşük viskoziteli (akıřkan) ve yüksek viskoziteli (kondanse edilebilir) olarak sınıflandırılmaktadırlar (3). Geleneksel kompozit rezinlere göre, akıřkan bulk-fill kompozit rezinlerin büyük dolduruculara ve düşük doldurucu-matriks oranına sahip olmaları, doldurucu-matriks ara yüz alanının azalarak ışığın daha az saçılması ile mavi ışığın daha derinlere penetre olmasını saęlamakta ve akıřkan bulk-fill kompozit rezinlerin polimerizasyon büzülmesinin azalmasını saęlamaktadır (4). Bu sayede, akıřkan bulk-fill kompozitlerin translusent özellięi artmıř, stres kırıcı özellikleri artmıř ancak estetik özellikleri zayıflamıř ve mekanik özellikleri azalmıřtır (5, 6).

Restoratif tedavide bařarı, uygulama teknikleri yanında kullanılan materyallerin fizikokimyasal nitelikleri ile yakından ilgilidir. Tedavide kullanılan

materyallerin basma-çekme dirençleri, sertlik, aşınma direnci, su Emilimi ve suda çözünme gibi mekanik ve fiziksel özellikleri son derece önemlidir (1).

Restoratif materyalin yapısındaki bozunmaya bağlı olarak mekanik özelliklerde gözlenen başarısızlıkların nedenleri arasında, ağız ortamının nemli olması ve ağız pH'sinde görülen değişiklikler yer almaktadır. Tükürük, gıda içerikleri ve içecekler de rezin esaslı kompozit materyallerinin mekanik özelliklerine zarar verebilmektedirler (7).

Su Emilimi ve suda çözünürlük, fiziksel ve kimyasal reaksiyonlarla rezin matriksin yapısı ve fonksiyonu üzerinde zararlı etkiler oluşturabilmektedir. Bu etkiler; hacim genişlemesi gibi değişiklikler, yumuşama ve plastikleşme gibi fiziksel değişiklikler ile oksidasyon ve hidrolizis gibi kimyasal değişiklikler olarak sayılabilmektedir. Kompozit rezinlerin su Emilimi ve suda çözünürlüğü üzerine; kompozisyonları, doldurucu partikül miktarı ve içeriği, rezin matriks-doldurucu arasındaki bağlanma kuvveti, reaksiyona girmemiş monomerler ve sıvı/solventin yapısı etkilidir (8).

Nanoteknoloji konsepti 1959'da ortaya çıktığı andan itibaren bilimin pek çok alanında olduğu gibi, diş hekimliğinde de heyecan yaratmıştır. Nanoteknoloji, moleküler seviyedeki sistem ve aygıtların kullanımı olarak özetlenebilir. Bu kapsamda nano boyutlu materyallerden faydalanılabilmektedir. Nanopartiküller yaklaşık olarak 1-100 nm arasındaki nanoboyutlu materyallerdir ve prizma, çubuk, küp, küre gibi farklı morfolojilere sahiptirler. Nanopartiküller nanoyapılar, nanokristaller, nanotüpler ve nanofiberler gibi yapı ve formlarına göre sınıflandırılırlar (9).

Son yıllarda diş hekimliğinde en çok kullanılan metal nanopartiküllerden biri de titanyum dioksittir ( $TiO_2$ ). Küçük miktarlarda (ağırlıkça %3) titanyum dioksitin akışkan kompozit rezine eklenmesinin materyalin mekanik özelliklerini geliştirdiği rapor edilmiştir (10). Ancak  $TiO_2$  nanotüplerin akışkan kompozit rezinler ve bulk-fill kompozit rezinlere ilave edilmesinin materyalde meydana getirdiği fiziksel özelliklerinin incelendiği çalışmalar henüz sınırlı düzeydedir.

Bu çalışmanın amacı;  $TiO_2$  tozundan  $TiO_2$  nanotüp elde edilmesi ve dört farklı akışkan bulk-fill kompozit ve bir adet akışkan kompozit rezine  $TiO_2$  nanotüp

ilavesinin, bu kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlüğü üzerine etkisinin *in vitro* olarak incelenmesidir. Araştırma sonucunda, TiO<sub>2</sub> nanotüpün ve TiO<sub>2</sub> nanotüp ile farklı yapıdaki kompozit rezinlerin güçlendirilmesinin, restoratif materyallere kazandırdığı fiziksel ve mekaniksel özellikler hakkında bilgiler elde edilecektir.



## 2. GENEL BİLGİLER

### 2.1. Nanoteknoloji ve Diş Hekimliği

Nanoteknoloji, atomları ve molekülleri tek tek kontrol ederek fonksiyonel yapılar yaratma fikrine dayanır. Genel olarak, nanoteknoloji “küçüklerin bilimi” olarak tercüme edilmektedir. Ancak, küçük yapılar oluşturmanın yanı sıra, nanoteknoloji terimi anlamında, büyük ölçekli yapılardan farklı fiziksel, kimyasal ve biyolojik özelliklere sahip materyalleri, cihazları ve sistemleri geliştirmeyi de barındırmaktadır (11).

Nano kelimesi, Yunanca "cüce" sözcüğünden türetilmiştir (12). Bir nanometre, bir metrenin milyarda birine eşittir (13). Singh ve ark. nanoteknoloji teriminin ilk defa Taniguchi tarafından "Malzemelerin atom ya da moleküler düzeyde işlenmesi, ayrılması, birleştirilmesi ve bozulması" olarak ifade edildiğini bildirmişlerdir (14).

Nanoteknolojinin günümüzde sağlık sektörü ile ilgili kullanım alanları ise, ilaçların üretimi ve taşınması, biyomateryallerin oluşturulması, doku mühendisliği, *in vivo* görüntüleme, *in vivo/in vitro* tanı ve hastalıkların tedavisi olmak üzere çeşitli başlıklar altında toplanabilmektedir (13, 15, 16).

Teknolojinin ilerlemesiyle birlikte inorganik nano yapıya sahip materyaller, farklı bilim dalları arasında yeni bir ilgi alanı oluşturmuştur. Araştırmalar sonucunda, birçok yeni biyoteknolojik ürünler ortaya çıkmıştır. Diş hekimliğinde de kullanılmaya başlanılan metal oksit nanopartiküllerin, dental materyallerin antibakteriyel etkinliklerinin artmasını sağladığı bildirilmiştir (17, 18).

Bununla birlikte; silika, alümina ve özellikle titanyum nanoparçacıkları, geliştirilmiş aşınma direnci ve mekanik dayanımları ile biyomedikal malzeme araştırmalarında başarılı bir şekilde kullanılmıştır. Bu nanoparçacıkların büyük özgül yüzey alanlarının, yüklenme kuvvetinin polimer matriksinden nanopartiküllere aktarılmasını kolaylaştırdığı ve böylece aşınmaya karşı daha iyi bir dirence yol açtığı düşünülmüştür. Nanopartiküllerin ayrılma derecesi ve dağılım eşitliğinin, mekanik güçlerin anahtarı olduğu bulunmuştur. Sonuç olarak, titanyum nanopartiküllerin

dental materyallerin suya direncini ve restorasyonların fiziksel ve mekanik özelliklerini arttırdığı ifade edilmiştir (19).

## **2.2. Diş Hekimliğinde Kullanılan Nanopartiküller**

### **2.2.1. Antimikrobiyal Nanopartikül Metaller**

#### **2.2.1.1. Gümüş**

Gümüş ( $Ag^+$ ) iyonları biyomedikal uygulamalarda kullanılmaktadır. Akrilik rezinler ve oral gargaralarda  $Ag^+$  zeolit kullanılmaktadır.  $Ag^+$  iyonlarındaki pozitif yüklenmenin ve nanopartiküllerin şeklinin, antimikrobiyal aktivite üzerinde etkili olduğu rapor edilmiştir.  $Ag^+$  nanopartiküllerin düşük konsantrasyonlarda antimikrobiyal etki gösterdikleri, anti-bakteriyel özelliklerin nanopartiküllerin yüzey alanı ile ilişkili olduğu, parçacık boyutunun küçülmesinin dolayısıyla yüzey alanının artmasının anti-bakteriyel aktivite için daha fazla etki sağladığı belirlenmiştir. Çalışmalarda; cam iyonomer simanlara gümüş iyonu ilavesinin, oral bakterilere karşı inhibisyon etkisi gösterdiği rapor edilmiştir (20-22).

#### **2.2.1.2. Bakır**

Gümüş gibi bakırın (Cu) da, kilit mikrobiyal enzimlerin sülfhidril ( $-SH$ ) gruplarıyla birleşerek aktivite gösterdiği düşünülmektedir. Hücre içine salınan bakır iyonları, nükleik asit ve kilit enzimleri bozabilmektedir. 1 mg/ml nanobakır varlığında, Gr (+) ve Gr (-) bakterilerin 2 saat içerisinde sırasıyla %68 ve %65 oranında azaldığı rapor edilmiştir (23).

#### **2.2.1.3. Altın**

Altın (Au) nanoparçacıklar, en kararlı metal nanoparçacıklardan birisidir. Au nanoparçacıklar, altının sudaki çözeltisinde mikrometreden daha küçük boyutlu parçacıkların askıda kalmasıyla meydana gelmektedir. Au nanoparçacıklar, yüksek

serbest elektron yoğunlukları dolayısıyla elektron mikroskopisini de içeren çok geniş uygulama alanına sahiptir (20).

Altın, gümüş ve bakıra oranla zayıf antimikrobiyal etki göstermektedir. Altın nanopartiküllerinin potansiyel uygulamalarına rağmen, bu partiküllerin mikroorganizmalara nasıl etki ettiği konusunda çok az bilgi mevcuttur (24).

### **2.2.2. Antimikrobiyal Nanopartikül Metal Oksitler**

Nanopartikül metal oksitler; çok sayıda kenar, köşe ve diğer potansiyel reaktif bölgelere sahip alıılmamış kristal morfolojileri ve son derece yüksek yüzey alanları ile antimikrobiyal ajan olarak büyük ilgi görmüşlerdir (22).

#### **2.2.2.1. Bakır Oksit**

Bakır oksit ( $\text{CuO}$  ve  $\text{Cu}_2\text{O}$ ), monoklinik yapıda bir yarı iletkenidir. Bakır oksit nanopartikülleri, potansiyel antimikrobiyal uygulamalar için fiziksel ve kimyasal olarak karakterize edilmiştir ve bakteriyel patojenlere aktivitesi olduğu gösterilmiştir (22). Diş yüzeyinin bakır oksit nanopartikülleriyle kaplanması, *S.mutans* biyofilmi oluşumunu inhibe ettiği rapor edilmiştir (25).

#### **2.2.2.2. Çinko Oksit**

Çinko oksit ( $\text{ZnO}$ ) nanopartikülleri; optik, elektriksel, mekanik ve kimyasal özelliklerinden dolayı fotokatalize, kompozit malzemelere, kimyasal, gaz, buhar ve nem sensörlerine ve boyaya duyarlı güneş pillerine uygulanabilmektedir. Biyouyumluluk özelliği ile biyomedikal uygulamalarda doğrudan kullanılabilir (26).

Çinko oksit nanopartiküllerinin, akışkan kompozit rezin içine yerleştirildiklerinde, *S.mutans*'a karşı antibakteriyel etki gösterdiği ve rezinin bağlanma dayanıklılığını arttırdığı rapor edilmiştir (27).



## 2.3. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>)

### 2.3.1. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>)'in Genel Özellikleri

Titanyum dioksit (TiO<sub>2</sub>), 1821 yılında keşfedilmiş fakat 1916 yılında beyaz boya maddesi olarak piyasaya sürülmüştür (28).

IV-VI grubu ikili bileşik yarı iletkenlerden birisi olan TiO<sub>2</sub>, periyodik cetvelin IV. sütununda yer alan Titanyum atomu ile VI. sütunda yer alan Oksijen atomunun bir araya gelmesiyle oluşur. TiO<sub>2</sub>; çok sert, gümüşü beyaz, parlak bir elementtir. Metalik halde kuvarı çizecek kadar serttir. TiO<sub>2</sub>, nadir bir element olarak bilinirse de yer kabuğunda en çok bulunan altıncı elementtir. Cevher yoğunlaşmasının seyrek olması ve cevherden TiO<sub>2</sub> eldesinin çok zor olması onu değerli bir metal yapmaktadır (29).

TiO<sub>2</sub>; 79,87 gr molekül ağırlığında, beyaz toz yapısında, kokusuz bir maddedir ve 1855 °C erime noktasına ve 2750 °C kaynama noktasına sahiptir (30).

TiO<sub>2</sub>, oksijen sensörleri ve antimikrobiyal kaplama malzemelerinin bir bileşeninin yanı sıra iyi bir fotokatalist olarak ifade edilmektedir (28, 31). TiO<sub>2</sub>; hidroklorik asit, organik çözeltiler, nitrik asit, su ve seyreltik mineral asitlerde çözünmezken; hidroflorik asit, alkali ve sıcaklığı artmış sülfürik asitte çözünmektedir (13). Parçacık boyutunun 30-50 nm aralığına inmesi sonucu çok düşük yoğunluğu, ve etkin dağıtılabirliği ile kullanım alanı genişlemiştir. Küçük partikül boyutu, örtücü ve renklendirme özelliklerinin azalmasına neden olmuş, ancak bu özellik TiO<sub>2</sub>'ye yüksek ısı ve ışık kararlılığı gibi avantajlar kazandırmıştır. Yüksek refraktif indeksinin bir sonucu olarak, silikon solar hücrelerde ve birçok ince film optik cihazda anti-yansıma kaplaması olarak kullanılmaktadır. İnsan vücudu ile biyouyumlu olması nedeniyle, TiO<sub>2</sub> başarılı bir biyomalzeme olarak da kullanılmaktadır (14).

TiO<sub>2</sub>, ışık mevcudiyetinde bant-boşluk enerjisine eşit veya daha yüksek bir enerji ile birlikte fotokatalitik aktivite gösteren kimyasal olarak inert, yarı iletken bir malzemedir. Bu özellikler çok çeşitli uygulamalar sunmaktadır. Kimyasal stabilitesi,

toksosite göstermemesi, hammaddenin nispeten düşük fiyatı ve işlenebilmesi nedeniyle, son yıllarda büyük ilgi görmüştür (31).

TiO<sub>2</sub>'nin bir pigment olarak tüketimi son birkaç yılda tekstil, gıda gibi bazı sektörlerde artmıştır. TiO<sub>2</sub>, sülfat veya klor prosesi ile üretilebilir. Fakat sülfat prosesi günümüzde önemli ölçüde iyileşmiş olmasına rağmen önemli miktarda atık demir sülfat ve düşük kaliteli bir TiO<sub>2</sub> üretmektedir. Bu nedenle, klor işlemi artık daha kullanılabilir bir yöntem haline gelmiştir (32).

### 2.3.2. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>)'in Etki Mekanizmaları

TiO<sub>2</sub>'nin, çevreyi kirleten malzemeler ve mikrobiyal ajanlar üzerindeki etki mekanizması uzun süredir incelenmektedir (33). TiO<sub>2</sub>, insanlar için toksik özellik göstermez ve yüzey kaplama vb. gibi birçok uygulamada kendi kendini temizleyen bir malzeme olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. TiO<sub>2</sub> ayrıca bakteriyel büyüme için inhibitör ajan olarak da başarıyla kullanılmaktadır (34, 35).

Birçok yarı iletken, kimyasal reaksiyonları katalize etmek için yeterli bant boşluk enerjilerine sahiptir. Değer bandı ve iletim bandı arasındaki enerji farkı, bant boşluğu olarak tanımlanmaktadır. Fotokatalitik dezenfeksiyon işlemi sırasında, yarı iletken fotokatalistin UV radyasyonu ile aydınlatılması katalizörü aktive eder ve redoks ortamı oluşturur. TiO<sub>2</sub> partikülleri, mikroplarla yakın temas halindeyken radyasyona maruz kaldığında; mikrobiyal yüzey, ilk olarak oksidatif saldırının birincil hedefi haline gelmektedir. Fotokataliz sırasında TiO<sub>2</sub> yüzeyinde hidrojen iyonu (H<sup>+</sup>) ve elektronlar (e<sup>-</sup>) oluşturulur. H<sup>+</sup>, bakterileri okside edebilir ve öldürebilir (34, 36). TiO<sub>2</sub> ile fotodegradasyona uğrayan patojenik organizmalar ve yapılar Tablo 1'de gösterilmiştir.

TiO<sub>2</sub> içeren hava temizleyiciler, duman gibi zararlı gazların oluşumunu sınırlayıp engelleyebildiği gibi, havadaki serbest haldeki bakterilere mikrobiyosit etki de sağlamaktadır. TiO<sub>2</sub> fotokatalizörler, yükseltgenme-indirgenme reaksiyonlarıyla, organik kirlilikleri CO<sub>2</sub> ve H<sub>2</sub>O gibi zararsız bileşiklere dönüştürmektedir. Bu şekilde çok zararlı olan organik bileşikler ve zararlı patojenler atık sularından etkili bir şekilde uzaklaştırılmış olmaktadır (37, 38).

**Tablo 1.** TiO<sub>2</sub> ile fotodegradasyona uğrayan patojenik organizmalar ve yapılar (32).

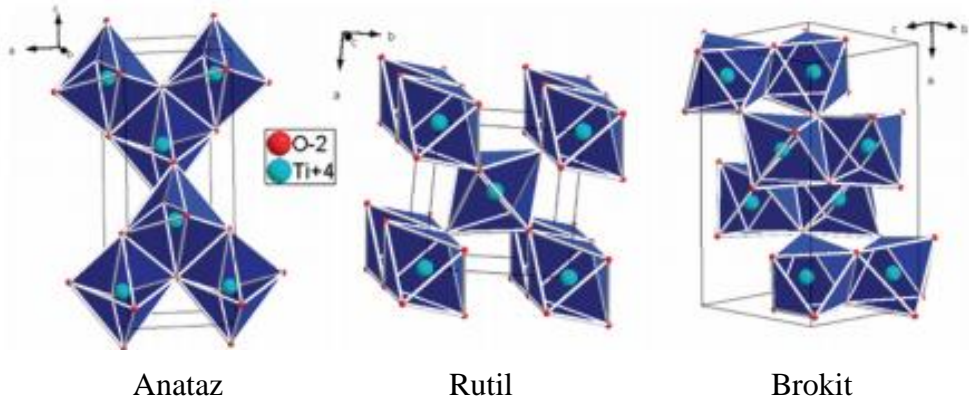
<b>Patojenik Organizmalar</b>	
Gr (-) Bakteriler	<i>Escherichia coli</i> <i>Enterobacter cloacae</i> <i>Salmonella typhimurium</i> <i>Salmonella choleraesuis</i> <i>Serratia marcescens</i> <i>Streptococcus faecalis</i> <i>Hyphomonas polymorpha</i> <i>Vibrio parahaemolyticus</i> <i>Micrococcus luteus</i> <i>Pseudomonas aeruginosa</i> <i>Listeria monocytogenes</i>
Gr (+) Bakteriler	<i>Streptococcus mutans</i> <i>Streptococcus sobrinus AHT</i> <i>Bacillus subtilis</i> <i>Lactobacillus helveticus</i>
Enzim	<i>Horseradish peroxidase</i>
Protozoa	<i>Giardia lamblia</i>
Mantar	<i>Aspergillus niger</i>
Alg	<i>Chlorella vulgaris</i>
Virüsler	<i>Lactobacillus casei phage PL-1</i> <i>Bacterioides fragilis</i> <i>Bacteriophage</i> <i>Phage MS 2</i> <i>Poliovirus 1</i>
Kanser Hücreleri	<i>HeLa</i> <i>T 24</i> <i>U 937</i>

### 2.3.3. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>)'in Kristal Yapısı

TiO<sub>2</sub> yapı olarak anataz, rutil ve brokit olmak üzere üç farklı modifikasyona sahiptir (32, 38-40).

TiO<sub>2</sub>'nin rutil kristalografik formu, yüksek bir kırılma optik indeksine sahiptir ve bu nedenle ince bir toz halinde öğütülmesi ışığı yüksek oranda saçmaktadır. Rutil yapısı, kimyasal olarak inerttir ve en kararlı titanyum dioksit formudur (41). Rutil kristalografik yapısı, stabil form olarak bilinirken; anataz ve brokit kristalografik formlar metastabildir ve ısıtıldığında rutil yapısına dönüştürülebilmektedir (39, 40, 42).

Anataz form genellikle en aktif faz olarak bilinmekte ve bu nedenle fotokatalitik uygulamaların çeşitliliğinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Anataz formu yüksek aktivite gösterir, fotokimyasal olarak stabildir ve diğerlerine oranla ucuzdur (43). Anataz kristalografik formdaki Ti-Ti atomları arası uzaklık, rutil yapıdaki Ti-Ti arası uzaklıktan daha büyüktür fakat Ti-O atomları arasındaki uzaklık daha küçüktür. Anataz kristal yapısında 4 kenar tetragonal yapıdan oluşmuştur ve köşelerde oksijen atomu bulunmamaktadır. Brokit kristal yapısında ise 3 kenar oktahedron yapıdan oluşmuştur (44).



**Resim 1.** TiO<sub>2</sub>'nin anataz, rutil ve brokit formlarının temsili görüntüsü (44).

Bir nanomateryal olan TiO<sub>2</sub>'nin çeşitli modifikasyonları vardır. Bu modifikasyonlar;

- Nanopartiküller
- Nanofiberler

- Nanoteller
- Nanotüpler olarak sayılmaktadır.

Bu materyaller, maddelerin belli boyut aralığında hacimsel yapılarından farklı özellikler ve işlevler göstermektedir (45).

#### **2.3.3.1. Nanopartikül**

Boyutları 1-100 nm aralığında olan tozlar veya parçacıklar olarak belirtilen nanopartiküller, nano boyutlu malzemelerin ve nano teknolojinin temelini oluşturmaktadır. Bu nanopartiküller, diğer ticari malzemelerden genelde daha farklı ve üstün özellikler sergilemektedir. Nanopartiküllerdeki önemli yüzey özellikleri; kuantum boyut etkileri, elektronik yapısının boyut bağımlılığı, yüzey atomlarının benzersiz karakterleri ve yüksek yüzey/hacim oranı olarak sayılabilmektedir. Nano yapı malzemelerin ve cihazların tasarlanmasını, üretimini ve işlevsel olarak kullanımını kapsayan nano teknoloji alanındaki yeni gelişmeler için ilk adım, nanopartiküllerin üretimi olmuştur (46).

#### **2.3.3.2. Nanofiber**

Çapı bir mikron ve altındaki fiberler olarak tanımlanabilmektedir. Günümüzde çeşitli üretim yöntemleri kullanılarak birçok seramik ve polimer malzemelerden nanofiber üretimi gerçekleştirilebilmektedir (47).

#### **2.3.3.3. Nanotel**

Bir nanometre (1- 10 nm) civarında çapa sahip olan farklı uzunluklarda, iletken ya da yarı iletken teller nano tel olarak adlandırılmaktadır. Diğer bir ifadeyle nano teller, birkaç nanometre büyüklükte genişliğe sahip olan yapılardır. Nanotellerin uzunlukları istenen değerde üretilebilmektedir. Nanoseviyede kuantum mekanik özelliklerin önemi artmaktadır ve bu yüzden nanoteller "kuantum telleri" olarak da adlandırılmaktadır. Birçok nano tel çeşidi vardır; metalik (Ni, Pt, Au, Fe), yarıiletken (Si, Ge, InP, GaN) ve yalıtkan (SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>) yapılar örnek olarak verilebilmektedir. Moleküler nano teller ise yan yana gelmiş inorganik ya da organik

moleküler (DNA) ünitelerin oluşturduğu yapılar olarak tanımlanmaktadır. Moleküler nanotellerde uzunluk/genişlik oranı 1000 ve daha üstü olduğu için, genellikle bu nanoteller, tek boyutlu olarak kabul edilmektedir (45, 46).

#### **2.3.3.4. Nanotüp**

Nanotüpler, bir boyutlu nano yapılar olup boşluklu içyapılı nanofiberler olarak da isimlendirilmektedir. İlk üretilen nanotüp, karbon nanotüplerdir. Karbon nanotüplerin dışında çeşitli seramik, polimer malzemelerden ve  $TiO_2$  tozundan elde edilen nanotüpler de mevcuttur (47). Nanomalzemeler arasındaki  $TiO_2$  nanotüpler, hem makro hem de mikro ölçekli kullanılabilirlerinden dolayı çok çeşitli uygulama alanlarına sahiptir (48).

$TiO_2$  nanotüplerin hacimlerine oranla çok daha geniş yüzey alanına sahip olması, diş hekimliğinde kullanılan restoratif materyallerin rezin matriksi ile bağlantısının yüksek olmasını sağlamaktadır.  $TiO_2$  nanotüp ilavesi; rezinin mekanik özelliklerini arttırmakta, reolojik özelliklerini ve biyouyumluluğunu olumsuz etkilememektedir. Akışkan kompozitlerin kırılma ve bükülme direncini yükseltmek için  $TiO_2$  nanotüpler kullanılabilir. Akışkan kompozitlere çok düşük oranda  $TiO_2$  nanotüp yüklemesi yapılarak viskozitesi değişmeksizin daha iyi mekanik özelliklere sahip materyaller hazırlanabilmektedir (49, 50).

#### **2.3.4. Titanyum Dioksit ( $TiO_2$ ) Nanotüp Sentez Yöntemleri**

$TiO_2$  nanotüp sentezlenmesi için çeşitli yöntemler mevcuttur. Bu yöntemler;

- i. Sol- Jel Yöntemi
- ii. Hidrotermal Yöntem
- iii. Solvotermal Yöntem
- iv. Direkt Oksidasyon Tekniği
- v. Mikrodalga Yöntemi
- vi. Kimyasal Buhar Birikim Yöntemi
- vii. Fiziksel Buhar Birikim Yöntemi

viii. Sonokimyasal Metod

ix. Elektrodepozisyon Metodudur (51).

Nanomalzemelerin kullanılması amacıyla nanotüp sentezlenmesinde en sık kullanılan yöntemler ise; sol-jel yöntemi, hidrotermal yöntem ve solvotermal yöntemidir.

#### **2.3.4.1. Sol-Jel Yöntemi**

Yumuşak kimya (*chimie douce*) olarak da adlandırılan sol-jel prosesi, bir sol ya da jeli orta basamak olarak kullanıp geleneksel hazırlama metodlarından daha düşük sıcaklıklarda, bir çözültiden katı bir materyalin hazırlanması esasına dayanır (52).

Sol-jel terimi sollar ya da koloidal süspansiyonlardan üretilen jellerin geniş bir sınıfını tanımlar. “Sol-jel” isminin içeriğinden de anlaşılacağı gibi bu proses koloidal süspansiyonun oluşumu yoluyla inorganik matrislerin üretimi ve bir grup jeli oluşturmak için solün jelleşmesi ve kurutma sonrası bu jelin xerogel (kuru jel) şekline dönüşmesini içerir (53).

Tipik bir sol-jel prosesinde  $TiO_2$  nanopartikülleri, daha sonra bir oksit ağına dönüştürülen oksopolimerleri oluşturmak üzere, titanyum alkoksitin hidroliz ve polikondensasyon reaksiyonları ile oluşturulur. Metal oksitlerin yapısı ve özellikleri, reaksiyondaki hidroliz ve poli yoğunlaşma hızına bağlıdır. Metal oksitlerin oluşumundan sorumlu olan faktörler; metal alkoksitin reaktivitesi, su alkoksit oranı, reaksiyon ortamının pH'ı, solventin yapısı, katkı maddeleri ve reaksiyon sıcaklığıdır (51). Bu proses sayesinde, istenilen özelliklere (sertlik, optik transparanlık, kimyasal dayanıklılık, gözeneklilik ve kimyasal direnç vb.) sahip homojen inorganik oksit malzemeler, inorganik camlara dönüşüm için gerekli olan yüksek erime sıcaklığına ihtiyaç duyulmadan, oda sıcaklığında elde edilebilmektedirler. Sol-jel prosesinin olağanüstü ılımlı koşullarda (sıklıkla oda sıcaklığında) gerçekleşebilmesi ve çeşitli şekil, boyut ve formatlarda ürünlerin elde edilebilmesi, bu teknolojinin çeşitli bilimsel ve mühendislik alanlarında giderek artan uygulamalarda yer almasını sağlamıştır (54).

Sol-jel yöntemi, anodik alumina membran (AAM) yöntemi ile kombine edilerek de  $TiO_2$  nanotüp üretilebilmektedir. Bu yöntemde ilk olarak, TTIP (Titanyum izopropoksit) çözeltisi oluşturulur. Bu çözelti, 2-propanol ve asetilasetonun karıştırılmasıyla elde edilir. AAM, 1 dakika süresince bu çözelti içine daldırılır. AAM solüsyondan çıkarıldıktan sonra, solüsyonun tüm hacmi çekilinceye kadar vakumlanır. Vakumlandıktan sonra 24 saat boyunca 0.15 M HCl çözeltisi içinde hidrolize edilir. Daha sonra oda sıcaklığında 60 dakika süreyle havayla kurutulur ve 2 saat 400 °C'deki bir fırın içerisinde kalsine edilir. Son aşamada AAM birkaç dakika boyunca 6 M NaOH çözeltisi içine batırılıp çözülerek, saf  $TiO_2$  nanotüpler oluşturulur (28).

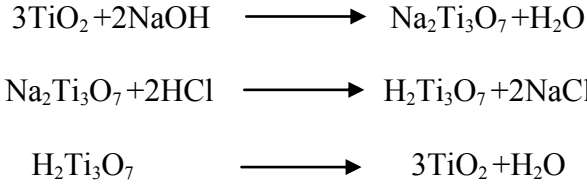
#### **2.3.4.2. Hidrotermal Yöntem**

Hidrotermal yöntem, 'hidro'su basıncı ve 'termal' yüksek sıcaklık anlamından türemiştir. Hidrotermal sentez yöntemi, nanotüp üretiminde en verimli yöntemlerden biridir. Hidrotermal sentez yöntemiyle nanotüp sentezinde  $H_2O$  (su), katalizör veya bazen de katı faz bileşeni olarak kullanılmaktadır. Ayrıca bu sentez yönteminde kullanılan başlangıç maddesinin olabildiğince saf ve homojen olması gerekmektedir (55).

Hidrotermal sentez, teflon otoklavlar olarak adlandırılan çelik basınçlı kaplarda gerçekleştirilir. Sıcaklık, suyun kaynama noktasının üzerine yükselir ve buhar doygunluğuna basınç altında ulaşır. Otoklava eklenen sıcaklık büyük ölçüde üretilen iç basıncı belirler. Hidrotermal yöntem, seramik endüstrisinde küçük partiküllerin üretimi için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir (51).

Tipik bir hidrotermal yöntemde,  $TiO_2$  tozu ilk olarak 10 M'lik bir konsantrasyona sahip bir NaOH aköz solüsyonuna dağıtılır ve daha sonra en az 12 saat boyunca 180-200 °C'de hidrotermal olarak ısıtılır.  $TiO_2$ 'nin  $TiO_2$  nanotübe dönüşme reaksiyonları aşağıda belirtilmiştir:





Hidrotermal Sentezde  $\text{TiO}_2$ 'nin  $\text{TiO}_2$  nanotübe dönüşme aşamaları (56, 57).

Bu kimyasal tepkimelere göre ilk olarak,  $\text{TiO}_2$ 'deki Ti-O-Ti bağları kırılarak, sodyum titanat ( $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ ) oluşur. Daha sonra sodyum titanat ( $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ ), hidroklorik asit (HCl) ile reaksiyona girer ve iyon değişimi ile hidrojen titanata ( $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ ) dönüşür. Son olarak, hidrojen titanat ( $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ ),  $\text{TiO}_2$  nano tüpleri oluşturmak için tavllanır (56).

Tüm sentez süreci çok basit gibi görünse de;  $\text{TiO}_2$  tozunun yapısı, hidrotermal koşullar (sıcaklık, reaktiflerin konsantrasyonu ve hidrotermal süresi) ve sonraki yıkama prosedürleri,  $\text{TiO}_2$  nanotüp yapısını (kristalografi ve morfoloji) ve fiziksel-kimyasal özelliklerini belirlemede çok önemli bir rol oynamaktadır (58).

#### 2.3.4.3. Solvotermal Yöntem

Solvotermal süreç, bir çözücünün sulu olmayan çözelti varlığında kapalı bir sistemde, çözücünün kaynama noktasından daha yüksek bir sıcaklıkta gerçekleştirdiği kimyasal bir reaksiyon olarak tanımlanabilir. Solvotermal süreç, yüksek basınç içermektedir (43, 59). Solvotermal yöntemde  $\text{TiO}_2$ 'nin boyut ve şekil dağılımları, hidrotermal yönetime göre daha iyi kontrol edilebilir düzeydedir (43).

Solvotermik reaksiyonlar, 5 aşamada sınıflandırılabilir. Bu aşamalar; oksidasyon-indirgeme, hidroliz, termoliz, kompleks oluşumu ve metatez reaksiyonlarıdır (59). Solvotermal reaksiyonlar farklı bilimsel alanlarda geliştirilmiştir. Bu alanlardan bazıları; yeni malzemelerin sentezi (belirli yapıları ve özellikleri olan malzemelerin tasarımı), mikro veya nanokristallerin hazırlanması, düşük sıcaklıkta sinterleme (metastabil yapısal formlardan seramiklerin hazırlanması), düşük sıcaklıklı süreçlerin geliştirilmesiyle ince film katmanları üretmek olarak sayılabilmektedir (59).

### 2.3.5. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Yüzey Karakterizasyonu

#### 2.3.5.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), çok küçük bir alana odaklanan yüksek enerjili elektronlarla yüzeyin taranması prensibiyle çalışmaktadır. En sık kullanıldığı biçimiyle, yüzeyden yayılan ikincil elektronlarla yapılan ölçüm, özellikle yüzeyin engebeli (topografik) yapısıyla ilişkili bir görüntü oluşturmaktadır (60).

Taramalı elektron mikroskobunda materyal bir bütün olarak incelenmektedir. Taramalı elektron mikroskobunda görüntü elektronların numune yüzeyindeki atomlarla elastik ve inelastik etkileşimi sonucu meydana gelmekte, elastik etkileşimle numuneye çarpan elektronların bir kısmının hareket doğrultusu numune atomunun çekirdeği tarafından değiştirilmekte ve elektronlar orijinal enerjilerine yakın bir enerji ile numune yüzeyine çıkmaktadır. Bu şekilde elde edilen görüntüye Backscatter Electron Image (BEI) (primer elektron görüntüsü) denmektedir. Atom numarası arttıkça primer elektron sayısı da artmaktadır (61).

SEM'in kullanım alanları çok çeşitlidir. Medikal kullanımda; sağlıklı, sağlıksız kan ve doku örneklerini veya hastalığa sebep olan etkenleri belirlemede, ilaç verilen hastalarla verilmeyenler arasındaki farkları gözleyerek ilacın hasta üzerindeki etkilerini belirlemede kullanılabilir. Adli tıp alanında; metal parçaları, boya ve mürekkep gibi maddeleri karşılaştırmada ya da saç veya iplik gibi maddeleri inceleyerek polis laboratuvarlarında delilleri incelemeye kullanılmaktadır. Metallerin incelenmesinde; soğuk ve sıcak gibi farklı koşullar altında metallerin dayanıklılığını belirlemede, güvenlik nedeniyle güçlü bir metal kullanımı gerektiren uçak, tren, gemi ve otomobil gibi araçların yapımında kullanılan metallerin dayanıklılığını belirlemede kullanılmaktadır. Bitki ve hayvan dokularının incelenmesi, mikroskobik olarak kristallerin incelenmesi, metallerin, plastiklerin ve seramiklerin yapısının incelenmesi gibi SEM'in kullanılabileceği pek çok farklı alan vardır (62). Nanoteknoloji alanında ise SEM, yüzey morfolojisinin bir bütün olarak ele alınmasını sağlayıp karakterizasyon hakkında bilgi vermektedir. SEM, üretilen TiO<sub>2</sub> nanopartiküllerin, nanofiberlerin, nanotellerin ve nanotüplerin yüzey morfolojisinin değerlendirilmesini sağlamaktadır (10).

TiO<sub>2</sub> nanotüplerin yüzey morfolojilerinin SEM ile incelendiği çeşitli çalışmalarda; TiO<sub>2</sub> nanotüplerin uzunluk ve genişliklerinin ölçümü yapılmıştır (10, 63-66). Farklı metodlar ile fonksiyonlaştırılan TiO<sub>2</sub> nanotüplerin, küresel şekilde oldukları ve kompozit rezin matrisine homojen şekilde dağıldığı rapor edilmiştir (63, 65). TiO<sub>2</sub> nanotüplerin fonksiyonlaştırma işlemi öncesindeki kalsinizasyon aşamasının TiO<sub>2</sub> nanotüplere etkisinin değerlendirildiği başka bir çalışmada, TiO<sub>2</sub> nanotüplerin çap ölçümü SEM ile yapılmıştır. Bu çalışmanın sonucuna göre kalsinizasyon aşaması, TiO<sub>2</sub> nanotüplerin ortalama çap değerlerini düşürmekte ve TiO<sub>2</sub> nanotüplerin birbirine sıkı bir şekilde bağlanmasını sağladığı belirtilmiştir (10).

### **2.3.5.2. X-Işını Kırınım Difraktometresi (XRD)**

X-ışınları dalga boyları 0,1–100 Å arasında olan yüksek enerjili elektromagnetik dalgalardır. X ışını dalga boyu, katılardaki atomlar arası mesafelerle kıyaslanabilir büyüklükte ve tipik olarak 1 Å'dur. Bu durum X-ışınları için kristalin, üç-boyutlu kırınım ağı gibi davranacağı anlamına gelmektedir. X-ışını kırınım difraktometresi (XRD), ultraviyole ışıktan daha kuvvetli fakat gama ışınından daha zayıf enerjili ışın kullanılarak yapılan analizi temel almaktadır (67).

XRD, her bir kristalin fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak, X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanmaktadır. Her bir kristalin faz için bu kırınım profilleri, parmak izi gibi o kristali tanımlamaktadır. XRD, analiz sırasında numuneyi tahrip etmemekte ve az miktardaki numunelerin (sıvı, toz, kristal ve ince film halindeki) analizlerinin yapılmasını sağlamaktadır (67).

Bir kristalden oluşan X-ışını kırınımı; uzaklıkların ölçülmesine yardımcı olmakta, birim hücrenin büyüklüğünü belirlenmesine izin vermekte ve kırınım uğramış demetlerin şiddetlerinden de hücre içindeki atomların düzenlenmesinde hakkında bilgi elde etmemize yardımcı olmaktadır (68).

XRD yöntemi çoğunlukla ağır elementlerden oluşan, katı inorganik ve kristal halindeki malzemelerin içerdikleri fazların tanımlanmasında kullanılan bir aygıtsal yöntemdir. Yöntem; süperiletkenler, seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, korozif maddeler, çelik kaplama malzemeleri, maden analizlerinde, toprak analizlerinde, safsızlık katkılanmış yarı iletkenlerde, böbrek ve

mesane taşlarında, bazı adli konularda, bazı boyar maddelerde, pigmentlerde, çimentolarda, doğal veya yapay minerallerde, herhangi bir malzemenin içerdiği bileşik veya elementlerin tayininde, inorganik polimerlerde, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin araştırılması bazı kristal veya amorf kompleks bileşiklerinin incelenmesinde olduğu gibi bir çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir. Yaygın olmamakla birlikte bazı katı organik bileşiklerin, katı organik polimerlerin, plastiklerin, organik boyar maddelerin analizlerinde de kullanılmaktadır (69).

TiO<sub>2</sub> ve TiO<sub>2</sub> nanotüplerin XRD ile incelendiği çeşitli çalışmalarda; TiO<sub>2</sub> kristalografik yapısının anataz, rutil veya brokit yapıda olduğu görülmüştür. XRD grafiğinde kırınım tepeleri gözlenmiş ve sodyum titanat (Na<sub>2</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>7</sub>), hidrojen titanat (H<sub>2</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>7</sub>) ve TiO<sub>2</sub> nanotüp formlarının incelemesinde belirgin bir pik değerleri izlenmiştir. Belirgin pik değeri izlenimi, incelenen materyallerin kristalografik yapısının kararlı olduğunu göstermektedir. XRD ile TiO<sub>2</sub> ve TiO<sub>2</sub> nanotüplerin kristal yapılarının tetragonal veya oktahedron yapılardan oluştuğu belirlenmiş ve Ti-Ti, Ti-O, Ti-O-Ti elementleri arası mesafeler XRD analizi ile ölçülmüştür (10, 50, 63, 69, 70).

### 2.3.5.3. Enerji Dağılımı Spektrometresi (EDS)

Enerji Dağılımı Spektrometresi (EDS) materyallerin element içeriklerini belirlemek için kullanılan bir yöntemdir (71). EDS sisteminde Si-Li detektör kullanılmaktadır. Bu dedektör, bir küçük silindir p-tipi silisyum ve lityumun diyot şeklinde bir araya getirilmesi ile oluşmaktadır. Dedektör tarafından toplanan X-ışınımı fotonları, belirli bir elektron delik çifti oluşturmaktadır. Si-Li diyotta elektron delik çifti oluşması için bu fotonların belirli bir ortalama enerjide olmaları gerekmektedir. Karakteristik x-ışını fotonları oluşturdukları elektron çifti boşluklarına göre enerjilerine ayrılmaktadır. X-ışını fotonları detektöre gelmeden önce berilyum camdan geçmektedir, dolayısıyla berilyum camı oldukça ince (10µ) olmalıdır (72).

TiO<sub>2</sub> nanotüpler ile güçlendirilmiş akışkan kompozitlerin fiziksel özelliklerinin değerlendirildiği bir çalışmada, elementer ölçümler için EDS analizi kullanılmıştır. EDS nokta taramaları TiO<sub>2</sub> nanotüplerde farklı noktalardan alınarak

yapılmıştır. TiO<sub>2</sub> nanotüplerin incelendiği EDS analiz sonucuna göre pik yapan elementlerin Ti ve O olduğu rapor edilmiştir. Sodyum titanat (Na<sub>2</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>7</sub>) incelemesinde, TiO<sub>2</sub>'ye göre daha düşük bir sodyum yüzdesi bulunmuştur. Ayrıca, TiO<sub>2</sub>'de az miktarda Sr ve Ni tespit edilmiştir (10). Bakır elementinin TiO<sub>2</sub> nanotübe eklenmesinden sonra TiO<sub>2</sub> nanotüplerin manyetik, mekaniksel ve optik özelliklerinin incelendiği çalışmalarda, EDS analizi kullanılmış ve yüksek derecede belirgin Cu elementinin pik değerleri görülmüştür. İncelenen EDS grafiğinde, Cu elementinin TiO<sub>2</sub> nanotüp kristallerine homojen olarak dağıldığı rapor edilmiştir (73-75).

#### **2.3.5.4. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)**

Titreşim spektrumundaki spektral bantlar, moleküle özgüdür ve biyokimyasal kompozisyon hakkında doğrudan bilgi sağlamaktadır. Bir Fourier transformasyonu (matematiksel metot) uygulanarak veri, zaman alanından frekans alanına aktarılmakta ve değişik frekanslarda oluşan absorpsiyonlar grafiğe dökülmektedir (76). Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR), hastalıklı dokularla ilişkili moleküler değişiklikleri optik olarak araştırmak için kullanılabilen titreşimsel bir spektroskopik tekniktir. Bu yöntem, fonksiyonel grupların, bağlanma türlerinin ve moleküler konformasyonların doğru ve hassas bir şekilde tahsis edilmesine izin verir. Ayrıca bu teknik, tümör dokusu ve hücrelerin özelliklerini ölçmek için de kullanılmaktadır (76).

FTIR, organik veya inorganik bileşiklerin karakterize edilmesinde kullanılan bir araçtır. FTIR, maddeyi oluşturan atomlar arasındaki bağların titreşimiyle oluşan frekanslarına karşılık gelen absorpsiyon pikleri ile örneğin parmak izini göstermektedir. Her maddenin kendine has bir spektrumu vardır. Bunun tek istisnası optik izomerlerdir. Organik madde spektrumlarının özellikle de 2000 cm<sup>-1</sup>'den sonra gelen kısmı daha ayrıntılıdır. Bu bölgeye parmak izi bölgesi denir ve spektrumu iki kat genişleterek alınmaktadır. Böylece madde hakkında daha ayrıntılı bilgi elde edilmektedir. Veri, farklı moleküler bağlardan kaynaklanan farklı titreşim frekanslarını temsil etmektedir (77).

FTIR, hem organik hem de inorganik malzemelerin tanımlanması hakkında değerli ve pratik bilgiler sağlamaktadır. Bir bileşiğin IR spektrumu tarafından verilen

bir numunenin arka planı hakkında bilgi, bilinmeyen materyalleri karakterize etmek ve moleküler yapıları belirlemek için kullanılabilir. Ayrıca, FTIR ile bir numunenin kalitesine karar verilebilmekte, bilinmeyen materyaller ve bileşen miktarları tanımlanabilmektedir (78).  $TiO_2$ 'nin matrikse eklendiği araştırmalarda da, fonksiyonelleştirilmiş gruplar FTIR ile karakterize edilmektedir (79).

## **2.4. Kompozit Rezinler**

### **2.4.1. Dental Kompozitlerin Bileşimi**

Diş hekimliğinde kullanılan kompozit rezin materyalleri üç esas ögeden ve yardımcı bileşenlerden oluşmaktadır. Bu öğeler;

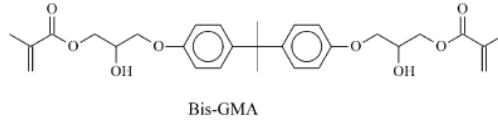
- Organik Matriks (Organik Faz)
- İnorganik Matriks (İnorganik Faz)
- Ara Faz (Bağlayıcı Ajan)
- Polimerizasyon İnhibitörleri
- İnisiyator / Akselerator
- UV Stabilizatörleri olarak sınıflandırılmaktadır (80, 81).

#### **2.4.1.1. Organik Faz**

Dental kompozit rezinin organik kısmı, polimerik bir matrikstir. Polimerler, monomer adı verilen küçük birimlerin birbirine bağlanmasıyla oluşan büyük zincirlerdir. Monomerlerin birbiriyle bağlanıp polimer oluşturmaya polimerizasyon denir. Dişhekimliğinde kullanılan monomerler genellikle akışkandırlar ve polimerizasyon sırasında katı bir yapıya dönüşürler. Monomerin polimere değişim genişliğine “Monomer dönüşüm derecesi” denir (82).

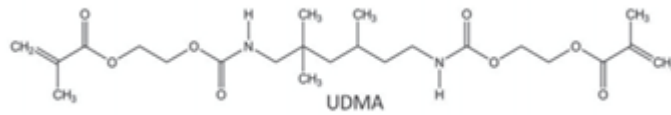
#### 2.4.1.1.1. Dimetakrilatlar

Bisfenol-A glisidil dimetakrilat (Bis-GMA), ilk defa 1956 yılında Dr.Bowen tarafından geliştirilmiştir. Bu monomer; 2,2-bis[4-(2-hidroksi-3-metakrilosi propoksi)fenil]propan olup, yapı olarak epoksi rezine benzemektedir. Monomerin polimerizasyonu, iki metil metakrilat grubunun karbon-karbon çift bağı aracılığıyla gerçekleşmekte ve oluşan resin, Bis-GMA adını almaktadır (82).



Bis-GMA'nın kimyasal yapısı (83).

Bis-GMA, yüksek viskoziteli difonksiyonel bir monomer olup daha düşük polimerizasyon büzülmesi, daha hızlı sertleşme süresi, sert yüzey özellikleri gibi avantajları nedeniyle metil metakrilattan daha üstün özellik göstermektedir (82). Bis-GMA'nın başlıca dezavantajları ise, yüksek viskozitesi ve düşük renk stabilitesi olarak bildirilmiştir. Yaygın olarak kullanılan başka bir resin materyali, üretan dimetakrilattır (UDMA). UDMA, yapısında aromatik halka olmayan bir dimetakrilattır. Bu monomer, 1974 yılında düşük viskoziteli bir materyal olarak piyasaya sürülmüştür (82, 84). UDMA'nın, Bis-GMA'dan daha fazla polimerizasyon büzülmesine uğradığı belirtilmiştir (85).

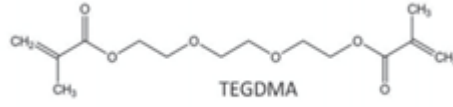


UDMA'nın kimyasal yapısı (86).

#### 2.4.1.1.2. Diluent Monomerler

Bis-GMA'nın yüksek viskozitesini azaltmak amacıyla resin matris içerisine düşük moleküler ağırlıklı ve düşük viskoziteli trietilenglikol dimetakrilat (TEGDMA) ve etilenglikol dimetakrilat (EGDMA) monomerleri ilave edilmiştir (34). Organik matriks içerisine TEGDMA gibi küçük boyutlu seyreltici komonomerlerin eklenmesi, polimerizasyon büzülmesini arttırmaktadır.

Polimerizasyon bzlmesinin artması, mikrosızıntı oluřumuna katkıda bulunmaktadır (35).



TEGDMA'nın kimyasal yapısı (86).

#### 2.4.1.2. İnorganik Faz

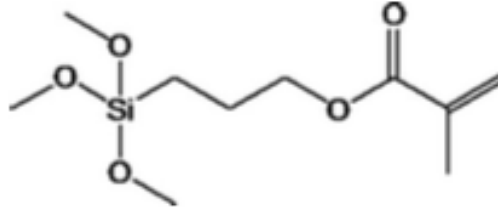
Kompozit rezinlerin inorganik fazını; cam partikller, kuartz, koloidal silika, alminyum ve lityum silikat, bor silikat ve hidroksilapatit gibi inorganik doldurucular oluřurmaktadır. İnorganik doldurucuların yapısına Sr (Stronsiyum), Ba (Baryum), Zn (Çinko), Zr (Zirkonyum) gibi iyonlar ilave edilerek ařınmaya dirençli radyopak radyografik grnt veren kompozit rezinler elde edilmiřtir. Bu tr doldurucular, rezinin fiziksel zeliklerini geliřtirmek iin kullanılmaktadır. İnorganik doldurucuların rezin iindeki oranının artması kompozit kalitesini olumlu ynde etkilemektedir. Bu doldurucular, kompozit rezinin elastiklik modln arttırmakta ve polimerizasyon bzlmesini, termal genleřme katsayısını ve su emilimini azaltmaktadır (80, 81, 87, 88).

Stronsiyum, inko, baryum ve yitriyum rezine radyoopoasite saęlar. Silika partiklleri, karıřımın mekanik niteliklerini gçlendirir ve ıřığı geirir. Bylece kompozit rezine, mineye benzer yarı Őeffaf bir grnt kazandırır. Saf silika, kristalin ve non kristalin formlarında bulunur. Kristalin formu, kompozit rezinin polisaj iřlemini gleřtirdięi iin kompozit rezinler gnmzde nonkristalin formu kullanılarak retilmektedir (89).

#### 2.4.1.3. Ara Faz

Bir kompozit rezinin bařarılı klinik performansa sahip olması iin, inorganik doldurucu partiklleri ve organik rezin matriksi arasında iyi bir baę oluřmalıdır. Bu baę, silan baęlayıcı ajanlarının kullanılmasıyla elde edilir. Yaygın olarak kullanılan silan; 3 metakriloksipropiltrimetoksisilan (MPTS)'dir (80, 90, 91).





[3-(metakriloksi) propil]trimetoksisilan'ın kimyasal yapısı (92).

Metoksi grupları, bir asit veya baz katalizli reaksiyon yoluyla hidroksil grupları oluşturmak için hidrolize olmaktadır. Bu hidroksil grupları, daha sonra yüzeyindeki hidroksil grupları ile kondensasyona uğramakta ve kovalent bağlarla bağlanmaktadır. Moleküldeki diğer bağlayıcılar da organik matriksin doymamış çift bağları ile bağlantıyı sağlamaktadır. Organosilan bileşiğinin metakrilat gruplarının rezin ile kovalent bağ oluşturması ile bağlanma süreci tamamlanmaktadır. Kompozit rezinlere eklenen silanların fonksiyonları; inorganik doldurucu partikülleri rezin matrikse güçlü bir şekilde bağlayan bir ara yüzey köprüsü oluşturmak, kompozit rezinin mekanik özelliklerini arttırmak, polimer parçacıkları ile polimer matriksi arasındaki gerilim dağılımı için bir ortam sağlamak, kompozit rezinin su emilimini en aza indiren hidrofobik bir ortam sağlamak olarak sayılabilmektedir (1, 93).

#### 2.4.1.4. Polimerizasyon İnhibitörleri

Polimerizasyon inhibitörleri, monomerlerin spontan olarak polimerize olmasını engellemek amacıyla rezin sistemlerin yapısına katılmaktadır. Materyal gün ışığına maruz bırakıldığında, inhibitörler serbest radikallerle monomerlerden önce reaksiyona girerler. Yaygın olarak kullanılan inhibitörler, 4-metoksifenol ve 2,4,6-tertiyerbutil fenol'dür. İnhibitörler kompozit rezinlerin raf ömürlerini uzatmakla beraber, uygun çalışma süresinin sağlanmasına yardımcı olmaktadır (49, 94).

#### 2.4.1.5. İnisiyatör / Akseleratör

İnisiyatörler, polimerizasyon reaksiyonu için gerekli serbest radikallerin oluşumunu sağlayan maddelerdir. Kompozit rezinlerde polimerizasyon hızlandırıcısı olarak görev alan maddeler ise akseleratör olarak adlandırılmaktadır (93). Kimyasal olarak polimerize olan kompozitlerde inisiyatör (başlatıcı) olarak benzoil peroksit,

akseleratör (hızlandırıcı) olarak dihidroksietil-p-toluidin gibi bir amin grubu kullanılmaktadır (95, 96).

Işık ile polimerize olan kompozit rezinlerde inisiyatör, elektromanyetik spektrumun 470 nm bölgesinde mavi ışığa duyarlı olan kamferokinon (CQ) 'dur. Işığın etkisiyle kamferokinon harekete geçmekte, amin ile reaksiyona girip serbest radikaller oluşturmaktadır. Kamferokinon reaktivitesi, dimetilamino etil metakrilat (DMAEM), etil-4 dimetilaminobenzoat (EDMAB) veya N, N-siyanoetil-metilanilin (CEMA) gibi bir amin indirgeyici ajan ilavesiyle arttırılır. Işık ile sertleşen kompozit rezinlerde aktivatör, benzoil metileter'dir. Bu madde, fotonları absorbe ederek foton enerjisini polimerizasyon enerjisine dönüştürmektedir. Kamferokinon ve amin konsantrasyonları kompozit rezinlerde ağırlıkça % 0,2-1,2 arasında değişmektedir (95, 96).

#### **2.4.1.6. UV Stabilizatörleri**

Kimyasal kompozitlerin polimerizasyon reaksiyonunun ardından reaksiyona girmeyen artık ürünler, ultraviole ışığın etkisiyle parçalanarak kahverengi renkleşmelere neden olabilmektedir. UV stabilizatörleri, kompozit rezinlere elektromanyetik radyasyonu emerek renk stabilitesini arttırmak için eklenmektedir. En yaygın olarak kullanılan UV stabilizatörü, 2-hidroksi-4-metoksi benzofenon'dur (97, 98).

#### **2.4.2. Kompozit Resinlerin Sınıflandırılması**

Kompozit rezinler; polimerizasyon yöntemlerine, inorganik doldurucu partikül miktarı ve boyutuna ve viskozitelerine göre sınıflandırılabilirler (88, 89).

### **2.4.2.1. Polimerizasyon Yöntemlerine Göre Kompozit Rezinler**

#### **2.4.2.1.1. Kimyasal Olarak Polimerize Olan Kompozit Rezinler**

Bu sistemde, pat+pat, pat+likit, toz+likit komponentlerinin karıştırılmasıyla polimerizasyon başlar. Birinci patta kimyasal polimerizasyonu başlatmak için benzoil peroksit, diğerinde ise tersiyer amin bulunur. Bu iki materyal karıştırıldığında serbest radikaller ortaya çıkar ve polimerizasyon sürecini başlatır (99, 100).

#### **2.4.2.1.2. Görünür Işıkla Polimerize Olan Kompozit Rezinler**

Bu tür kompozitlere fotopolimerizan kompozitler de denmektedir. Polimerizasyon için görünür mavi ışığın, 450-500 nm dalga boyunda ve en az 300 mW/cm<sup>2</sup> olması gerekmektedir. 450-500 nm dalga boyundaki ışığın etkisiyle kamferokinon harekete geçmekte ve serbest radikaller oluşturmaktadır. Görünür ışıkla polimerize olan kompozitlerin avantajları olarak; kompozitin polimerizasyon başlangıcının ve bitiminin hekim kontrolünde olması, çalışma sürelerinin yeterli olması, tek pat şeklinde olmaları nedeniyle karıştırma işlemi gerektirmemeleri, karıştırma ile oluşabilecek hava kabarcıklarının ve yüzey pürüzlülüğünün önüne geçilmesi, hızlı, kontrollü, derin ve güvenilir bir polimerizasyon sağlanması, renk stabilitesinin uygun ve sürekli olması sayılabilmektedir (101-103).

#### **2.4.2.1.3. Hem Kimyasal Hem de Işık ile Polimerize Olan Kompozit Rezinler**

Bu tip kompozit rezinler iki pat şeklindedirler. Karıştırılmalarından sonra uygulandıkları bölgelerde polimerizasyon önce ışık ile başlatılmaktadır. Işık ulaşmadığı bölgelerde ve polimerize olmayan bölgelerde polimerizasyon, kimyasal olarak 8-24 saat içinde tamamlanmaktadır. Kimyasal olarak sertleşme hızı, ışıkla sertleştirilme hızından çok daha yavaştır. Bu tip kompozit rezinler, akışkan özellikte olduklarından daha çok yapıştırma materyali olarak kullanılmaktadır. Polimerizasyonun tam olarak gerçekleşmesinden endişe edilen her ortamda

kullanılmaları önerilmektedir. Özellikle derin kavitelere, 2 mm'den daha kalın kompozit rezin uygulamalarında, girişin zor olduğu interproksimal alanlarda başarılı sonuçlar vermektedir (1, 101).

#### **2.4.2.2. İnorganik Doldurucu Partikül Büyüklüklerine Göre Kompozit Rezinler**

##### **a. Megafil Kompozit Rezin**

Megafil kompozitler, 50-100 µm boyutlarında β-kuartz silika yapısında inorganik doldurucu partiküller içermektedir. 'İnsert'olarak adlandırılan cam partiküller de (0,5-2 mm) mega doldurucu partiküller arasında değerlendirilmektedir. Megafil kompozitler aşınmaya karşı dirençli oldukları için çiğneme kuvvetlerine daha fazla maruz kalan bölgelerin restorasyonunda önerilen materyaller olmuşlardır (89, 104).

##### **b. Makrofil Kompozit Rezin**

Makrofil kompozit rezinler, büyüklükleri 10-100 um arasında değişen inorganik doldurucular içermektedir (105). Bu kompozitlerde inorganik doldurucu olarak kullanılan kuartz partiküllerinin sert ve büyük olması organik matriksin inorganik partiküllerden daha fazla aşınmasına yol açmakta ve sonuçta yüzey pürüzlülüğünün ve renklenmenin artmasına neden olmaktadır (89). Oklüzal aşınmalara ve çiğneme kuvvetlerine dayanıklılıkları nedeni ile makrofil kompozitlerin posterior bölgelerde kullanımı önerilmektedir (1, 101).

##### **c. Midifil Kompozit Rezin**

Midifil kompozit rezinde inorganik doldurucu partikül büyüklüğü 1-10 um arasındadır. Makrofil kompozit rezinlerde görülen olumsuzlukları elimine etmek amacıyla daha küçük doldurucu partikül kullanılarak geliştirilmiş kompozitlerdir. Makrofil dolduruculara göre avantajlı olsalar da benzer dezavantajları nedeniyle günümüzde tercih edilmemektedirler (95).

#### **d. Minifil Kompozit Rezin**

Minifil kompozit rezinde doldurucu partikül büyüklüğü 0,1-1 µm arasındadır ve partikül miktarı makrofil kompozite oranla daha fazladır. Partikül yüzdesi ağırlıkça %75-85'e ulaşmıştır. Doldurucu partikül boyutunun daha küçük ve partikül oranının daha fazla sayıda olması bu kompozit rezinin makrofil kompozit rezine oranla daha düzgün ve parlak bir yüzey elde edilmesini sağlamaktadır (89).

Minifil kompozitler, kuartzdan daha kırılğan olan baryum ve stronsiyumun yanı sıra cam partiküllerle yoğunlaştırılmış inorganik dolduruculara sahiptir. Bu kompozitlerde, aşınmaya karşı direnç arttırılmış ve daha düzgün yüzeylerin oluşturulabilmesi sağlanmıştır. Aşınmaya karşı direncin artması, bu materyallerin posterior dişlerin restorasyonlarında kullanılmasına olanak sağlamıştır (89).

#### **e. Mikrofil Kompozit Rezin**

Mikrofil kompozitler, makrofil kompozitlerin pürüzlülük ve renklenme problemlerinin üstesinden gelebilmek ve cilalanabilir bir kompozit materyali elde etmek amacıyla geliştirilmiştir. Mikrofil kompozitler, 0,04-0,4 µm koloidal silika parçacıklarını içermektedir (106, 107).

Bu kompozitler yalnızca ağırlıkça %35 ile 67 ve hacimce %20 ile 59 oranında doldurucu partikül içermektedir. Küçük doldurucu partikül boyutu, kompozit rezinin pürüzsüz bir yüzey olarak parlatılabilmesini mümkün kılmıştır. Bununla birlikte, geleneksel kompozitlerden daha düşük fiziksel ve mekanik özelliklere sahiptirler. Pürüzsüz yüzeyleri nedeniyle, subgingival bölgelerin restorasyonu ve ön dişlerin estetik restorasyonu için tercih edilen rezin haline gelmiştir (84). Ancak mikrofil kompozitler, makrofil kompozitlere kıyasla, daha iyi fiziksel özelliklere sahip değildir (105-107).

#### **f. Hibrit Kompozit Rezin**

Hibrit kompozit rezinler, farklı büyüklükteki doldurucu partiküllerin karışımını içeren kompozit rezinlerdir. "Hibrit kompozit rezin" olarak adlandırılmalarının sebebi partikül boyutlarının 0,1- 20 µm arasında değişiyor olmasıdır. Makrofil ve mikrofil kompozit rezinlerin özelliklerinden yararlanılarak

geliştirilmişlerdir (108). Hibrit kompozitler, diş hekimliğinde kullanılan kompozitlerin büyük çoğunluğunu oluşturmaktadırlar (109).

Hibrit kompozitlerin karakteristik özellikleri olarak; çok çeşitli renk seçeneklerinin varlığı, düşük polimerizasyon büzülmesi değerleri, düşük su emilimi değeri, parlatılabilme özelliği, diş yapıları ile benzer aşınma gösterebilmesi, anterior ve posterior kaviteler için kullanılabilmesi, farklı tonlarda opaklık ve saydamlık dereceleri gösterebilmesi sayılabilmektedir. Hibrit kompozitlerin yüksek inorganik içeriği, daha düşük termal genleşmeye ve daha az polimerizasyon büzülmesine neden olmaktadır (109).

Hibrit türünün belirlenmesinde büyük partikül adı kullanılmaktadır. Örneğin, büyük partiküller minifil düzeyinde ise kompozit rezin minifil hibrit rezin olarak adlandırılmaktadır. Küçük inorganik doldurucular karışımın ikinci komponentleridir (89).

#### **g. Nanofil Kompozit Resin**

Diş hekimliğinde nanokompozitler, mikrofil kompozitler gibi cilalanabilme ve hibrit kompozitler gibi güçlü mekanik özelliklere sahip olabilme ve hem anterior hem de posterior bölgede kullanılabilme amacıyla geliştirilmiştir (110). Ağırlıkça %72-87 oranında doldurucu partikül içermektedirler (111, 112). Nanofil kompozitlerin inorganik partikül büyüklüğünün, ışığın dalga boyundan daha küçük olması nedeniyle, görünür ışık ile emilim veya saçılım gibi etkileşimlere girmedikleri ileri sürülmüştür (112).

Nanofil teknolojisi ile üretilen restoratif materyaller nanomer ve nanokümelere olmak üzere 2 tip doldurucu içermektedirler (111). Nanomerler 5–75 nm boyutlarında toplu halde bulunmayan ve kümeleşmeyen silika partiküllerini ifade etmektedir. Nano boyuttaki doldurucular sayesinde organik yapı ile temas eden yüzey alanının arttığı ve böylece inorganik faz-organik faz bağlantısının daha kuvvetli olduğu bildirilmiştir (111). Kompozitin yapısına katılan ikinci doldurucu tip nano kümelerdir ve bu yapı iki farklı doldurucu tipinden oluşmaktadır. İlk partikül boyutları 2-20 nm olan zirkonyum ve silika partikülleri, ikinci partikül boyutları ise 75 nm olan silika partikülleridir. Bu partiküllerin oluşturduğu nanokümelere ortalama boyutları 0,6-1,4 µm arasında değişmektedir. Zayıf bağlantılı kümeler

termodinamik faktörler yardımıyla tek bir ünite gibi hareket etmekte ve kompozitin monomer miktarının minimum düzeyde olmasını sağlamaktadırlar. Tek bir büyük partikül gibi davranan bu nanomer grupları restorasyona gelen basınçlar karşısında yapısal bütünlüğün korunmasını sağlamaktadırlar. Bu sayede nanofil kompozitlerin aşınma direnci ve mekanik özellikleri artarken, yüzey özelliklerinin devamlılığı sağlanmaktadır (111, 112).

### **2.4.2.3. Viskozitelerine Göre Kompozit Reziner**

#### **2.4.2.3.1. Kondanse Olabilen (Paketlenebilir) Kompozit Resin**

Kondanse olabilen kompozitler, amalgama benzer şekilde sıkıştırılabilen, şekillendirilebilen kompozitler olarak piyasaya sürülmüştür. Resin miktarının azaltılması ve inorganik doldurucu yüzdesinin artırılmasına bağlı olarak viskozitesi de artış göstermektedir (93, 105). Doldurucu içeriği yaklaşık olarak ağırlıkça %70-80, hacimce %66-70 arasında değişmektedir (113).

Kondanse olabilen kompozitler, yüksek oklüzal strese maruz kalan posterior restorasyonlarda kullanılmaktadır. Sınıf II restorasyonlarda fizyolojik interproksimal temasların daha kolay sağlanması, basınç uygulanarak kondanse edilebilmeleri, iyi bir kontak noktasının başarılabilmesi ve daha iyi bir oklüzal anatomi oluşturulabilmesi bu restoratif materyallerin önemli avantajları olarak sayılabilmektedir (105, 114).

Hibrit kompozit rezinlere oranla daha büyük doldurucu partiküller içermelerinden dolayı bitirme ve polisaj işlemlerinden sonra pürüzlü yüzey oluşma riskinin fazla olduğu ileri sürülmektedir (100, 105). Ancak, bu kompozitler, diğer mikrohibrit kompozitlere göre daha yüksek fiziksel özelliklere, düşük polimerizasyon büzülmesine ve kolay işlenebilirliğe sahiptir (114).

#### **2.4.2.3.2. Akışkan Kompozit Resin**

Akışkan kompozitler, 1996 yılının sonunda piyasaya sürülmüştür. Bu kompozit rezinlerin ağırlıkça/hacimce doldurucu partikül oranı %61-%37 arasında değişmektedir (115).

Akışkan kompozitler, ışıkla sertleşen, viskozitesi düşük materyallerdir. Daha küçük partikül boyutu, bu kompozit rezinin kolayca ve homojen bir şekilde yayılmasına olanak sağlamaktadır. Akışkan kompozitler, adaptasyon kolaylığı nedeniyle, kompozit restorasyonların altında baz veya astar olarak kullanılabilir. Ayrıca akışkan kompozitler, süt dişi restorasyonları ve Sınıf II restorasyonların proksimal bölgelerinde stres kırıcı olarak da kullanılabilir (116). Akışkan kompozitler düşük elastisite modülüne sahiptir ve bu nedenle de servikal abfraksiyon vakalarında da kullanılabilir. Düşük doldurucu içeriklerinden dolayı, geleneksel kompozitlerden daha fazla polimerizasyon büzülmesi ve daha az aşınma direnci göstermektedirler (1). Amalgam, kompozit veya kuron tamirinde, pit ve fissürlerin örtülmesinde, koruyucu resin restorasyonda, air abrazyon kavitelelerinde de kullanılmaktadır (115).

#### **2.4.2.4. Bulk-Fill Kompozit Resinler**

Kompozit rezinlerin polimerizasyon büzülmesini azaltmak amacıyla kompozitlerin tabakalama yöntemiyle yerleştirilmesi; materyalin fiziksel özelliklerinin artmasını, iyi bir kenar uyumunun sağlanabilmesini ve rezidüel monomer miktarının az olmasına bağlı olarak sitotoksitesinin de az olmasını sağlamaktadır. Bunların yanı sıra; uygulama sırasında fazla oranda polimerizasyon stresinin oluşması, tabakaların arasında boşlukların kalabilmesi, tünel kaviteleler gibi minimal invaziv tekniklerle açılan kavitelelerde tabakalamanın tam yapılamaması ve tekniğin zaman alması, tabakalama tekniğinin dezavantajları arasında sayılabilmektedir (117). Özellikle derin kavitelelerin restorasyonunda 2 mm kalınlıktaki materyalin tabaka tabaka kaviteye uygulanması sırasında; tekniğin bahsedilen dezavantajlarından hekime fazla zaman harcatma, hava kabarcığı oluşma riski ve tabakalar arasında kontaminasyon oluşumu, son zamanlarda birçok üretici firmanın "bulk-fill" olarak isimlendirdiği, kavitelelerde 4-6 mm kalınlıkta



yerleştirilebilen yeni tip kompozitlerin kullanıma sunulmasına neden olmuştur (118). Bulk-fill kompozit rezinler, 4-6 mm uygulama derinliği ile tek tabaka kompozit rezin uygulanmasına izin vererek, dolguların geleneksel kompozit ve akışkan kompozit rezinlere kıyasla daha hızlı ve daha kolay olmasını sağlamaktadır (3).

Bulk-fill kompozitlerdeki yenilik; monomer kimyasındaki değişikliklere dayanmaktadır. Üreticiler bu yeni teknolojiyi, daha düşük viskoziteli monomerler oluşturmak için organik matriksi modifiye ederek Bowen monomerini (Bis-GMA: 2,2-bis [4- (2-hidroksi-3-metakriloksipropoksi) fenil] propan) tanıtmışlardır. Bu yeni modifikasyon, hidroksil içermeyen Bis-GMA, alifatik ürean dimetakrilatlar, kısmen aromatik ürean dimetakrilat veya yüksek ölçüde dallanmış metakrilatlar kullanılarak sağlanabilmektedir (119).

Birçok bulk-fill kompozit rezin, Bis-GMA'ya kıyasla daha az viskoz ve daha esnek olan UDMA monomeri içermektedir. Birleştirilmiş foto-aktif gruplara sahip olan UDMA monomeri, bir polimerizasyon modülatörü olarak işlev görmektedir. UDMA'daki NH grupları, zincir transfer reaksiyonlarına neden olmakta ve monomerlerin, polimer ağının oluşumu sırasında birbirlerine daha esnek bir şekilde bağlanmalarını sağlamaktadır. Böylece, yüksek bir dönüşüm ve polimerize olmuş zincir transfer yoğunluğuna ulaşılmaktadır (120). Teknolojik gelişmeler dahilinde bulk-fill kompozit rezinlerde; özel foto-başlatıcı sistemlerin kullanımı, doldurucu partikül büyüklüğünün artırılması ve doldurucu içeriğinin geleneksel kompozitlere göre azaltılmış olması, kavite tabanına ulaşan ışık penetrasyon yoğunluğunu arttırmaktadır. Kavite tabanına gelen ışık penetrasyon derinliğinin artması, bulk-fill kompozitlerin inorganik yapısında bulunan baryum ve ytterbium partikülleri sayesinde mümkün olmaktadır. Bu partiküller ayrıca kompozite mineye benzer bir şeffaflık vererek estetik üstünlük kazandırmaktadır (5, 121, 122).

Bulk-fill kompozit rezinlerin restorasyonlarda kullanımıyla ilgili en büyük endişe, 4 mm kalınlığında uygulanmaları nedeniyle kavitede oluşturdukları polimerizasyon büzülme stresi ve monomerlerin polimere dönüşüm oranıdır. Bu nedenle, bulk-fill kompozit rezinler modifiye edilmiş, inorganik doldurucu partikül büyüklüğü artırılmış ve monomerin organik matriksteki oranı azaltılmıştır. Konvansiyonel kompozit rezinlere göre büyük dolduruculara (>20 µm) ve düşük

doldurucu matriks oranına sahip olmaları, doldurucu-matriks arayüz alanının azalarak ışığın daha az saçılmasını ve mavi ışığın daha derinlere penetre olmasına olanak sağlamaktadır (5).

Bulk-fill kompozit rezin monomerlerinin, geleneksel di-metakrilat monomerlere kıyasla daha düşük ikili bağlanma konsantrasyonuna sahip olması ve yüksek bir nihai çift-bağ dönüşümünü göstermesine rağmen, daha düşük polimerizasyon büzülmesi değerlerine sahip olduğu bildirilmiştir. Güçlü başlatıcı sistemler, kompozit rezin matriksindeki serbest radikallerin sıcaklığını arttırmaktadır. Artan sıcaklık; serbest radikallerin daha büyük bir tepkimeye girmesine neden olarak, artmış polimerizasyon reaksiyonuna ve serbest radikallerin daha iyi çapraz bağlantı yapmasına sebep olmaktadır. Bu sayede polimerizasyon sırasında oluşan gerilimler azalmakta ve restorasyonların ayrılması veya olası boşluk oluşumu önlenmektedir (3, 122).

Bulk-fill kompozit materyallerinin bazı önemli karakteristik özellikleri; düşük polimerizasyon büzülmesi göstermesi, daha iyi kavite adaptasyonu için daha fazla akıcılığa sahip olması, minimum el uygulaması gerektirmesi, gelişmiş fiziksel özelliklere sahip olması ve en az 4 mm'de kabul edilebilir sertleşme derinliği olarak özetlenebilmektedir (119).

Geleneksel kompozitlere alternatif olan bulk-fill kompozit rezinler, düşük viskoziteli (akışkan) ya da yüksek viskoziteli (kondanse edilebilir) olarak sınıflandırılmaktadırlar (3, 123).

Yüksek viskoziteli bulk-fill kompozitler kaviteye tek aşamada yerleştirilebilmektedir. Bu malzemelerin visköz yapıda olması, aşınma direncinin ve mekanik dayanıklılığın daha yüksek olmasını sağlamaktadır (120). Günümüzde kullanılan yüksek viskoziteli bulk-fill kompozit rezinlerin son tabakalarının konvansiyonel kompozit rezinlerle restore edilmesine gerek yoktur (5).

Düşük viskoziteli bulk-fill kompozitler, kaviteye bir şırınga ucu yardımıyla yerleştirilebilmektedir. Bu teknik, erişilmesi zor boşluklarda kompozit rezinin yerleştirilmesini ve adaptasyonunu kolaylaştırmaktadır. Genel olarak, bu kompozitler daha düşük inorganik doldurucu içeriğine sahiptir. Düşük inorganik doldurucu oranı, yüzeyin aşınmaya daha az dayanıklı olmasına neden olmaktadır. Bu nedenle,

kavitenin çiğneme kuvvetlerine maruz kalacak son kısmının geleneksel bir kompozit rezin ile restore edilmesi gerekmektedir (120). Düşük viskoziteli bulk-fill kompozitler, geleneksel kompozit rezinler ile karşılaştırıldığında doldurucu içeriği azaltılmış ve doldurucu partikül büyüklüğü artırılmıştır ( $\geq 20 \mu\text{m}$ ). Bu nedenle, düşük viskoziteli bulk-fill kompozitlerin translusent özelliği artmış, estetik özellikleri zayıflamış, mekanik özellikleri azalmış ve yüzey düzensizlikleri artmıştır. Ancak translusent özelliklerinin artması, ışığın materyal içerisine penetrasyonunu arttırdığından, daha derin tabakalara ışığın ulaşmasını kolaylaştırmaktadır (5, 6).

Bulk-fill tekniğinde, kalın tabakaların polimerize olabilmesi ve büyük hacimli tabakaların yüksek polimerizasyon büzülmesi göstermemesinin sağlanması gerekmektedir. Yüksek polimerizasyon büzülmesi varlığında, dolguların kenar uyumu ve kalitesi bozulmaktadır. Bu durumun ortaya çıkmaması özellikle dolgunun abrazyona ve çiğnemeye dayanıklılığı, opasitesi, cilalanabilirliği ve çevreleyen diş dokularıyla optik entegrasyonu için gerekli olduğu belirtilmiştir (124).

SDR (Dentsply, Konstanz, Almanya); arka bölgede tek parça halinde uygulanabilen, tek komponentli, flor içeren, ışıkla sertleşen, radyoopak özellik gösteren ilk bulk-fill dolgu materyalidir. Sınıf I ve II restorasyonlarda kaide materyali olarak kullanılmak üzere tasarlanmıştır. SDR, yapısal özelliği olarak tipik bir akışkan kompozit gibi davranmasına rağmen, en az polimerizasyon stresi oluşturarak 4 mm'lik tabakalar halinde uygulanabilmektedir. SDR'nin kaviteye kendi kendine yayılma özelliği, hazırlanmış kavite duvarlarına çok iyi adapte olmasını sağlamaktadır. SDR kaide maddesi olarak kullanıldığında, üst tabakada son katman olarak oklüzal/fasiyal yüzeydeki minenin yerini almak amacı ile metakrilat bazlı geleneksel/posterior kompozit kullanılması önerilmektedir (125, 126).

SDR'nin; akışkan, geleneksel ve siloran bazlı kompozit ile polimerizasyon büzülme stres yüzdesi açısından değerlendirildiği farklı iki çalışmada, en düşük büzülme stres yüzde değerlerini (%2.3) SDR'nin gösterdiği rapor edilmiştir. SDR'yi polimerizasyon büzülme stres yüzde değeri olarak sırasıyla siloran bazlı kompozit (%2.6), geleneksel kompozit rezin (%2.9) ve akışkan kompozit rezin (%3.9) takip etmiştir (127, 128).

Sonic-Fill (Kerr, Almanya) tek bir adımda 5 mm kalınlıkta dolgu malzemesi yerleřtirilmesini saęlayan ultra sonik enerji ile alıřan tek bulk-fill kompozit rezindir. zel olarak retilen anguldurvaya takılan ular ierisinde akıcı kıvamda olmayan kompozit rezin bulunmaktadır. Diř niti vasıtasıyla alıřtırılan anguldurvadan kompozit rezine iletilen sonik enerji sayesinde kompozit rezin akıcı hale gelmekte ve kaviteye yerleřtirilmektedir. Anguldurvanın alıřtırılmasının durmasıyla kompozit rezin kondanse edilebilir kıvama gelmektedir (3).

Dięer bir bulk-fill kompozit rezin olan Tetric EvoCeram (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), normal kamforokinon/amin bařlatıcı sistemi iermesinin yanı sıra ‘iniator booster’(ivocerin) yani ‘bařlatıcı gclendirici’ iermektedir. Bylece, retici firma tarafından kompozit rezinin daha kalın derinliklerde de polimerize olabildięi iddia edilmektedir. Ancak bulk-fill kompozit rezinlerin polimerizasyon mekanizmaları ve polimerizasyon bařlatıcı maddelerinin kimyasal yapıları hakkında bazı endiřeler bulunmaktadır. Mesela dięer bulk-fill kompozit rezinlerde zel bir polimerizasyon bařlatıcı sistem geliřtirilmemiřtir (5). Buna gre daha derin kavitelere polimerizasyon derinlięinin artması materyallerin yarı saydam zelliklerinin geliřtirilmesiyle mmkn olabilecektir. Bu da translsensiye neden olan doldurucu partikl miktarını azaltmakla mmkn olmaktadır (129).

Kondanse edilebilir bulk-fill kompozitlere rnek olarak; Filtek™ Bulk Fill (3M ESPE, St. Paul, ABD), Venus Bulk Fill (Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Almanya), SonicFill™ 3 Single Fill™ (KaVo Kerr, Orange, CA, ABD), X-tra Fill (Voco GmbH, Cuxhaven, Almanya), Reveal HD Bulk Fill (Bisco, Schaumburg, IL, ABD) verilebilmektedir. Akıřkan bulk-fill kompozitlere rnek olarak ise; Surefil SDR Flow (Dentsply, Konstanz, Almanya), X-tra Base Flow (Voco GmbH, Cuxhaven, Almanya), Tetric EvoFlow (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lihtenřtayn), Filtek™ Bulk Fill Flowable (3M ESPE, St. Paul, ABD), Venus Bulk Fill Flowable (Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Almanya) sayılabilmektedir.

#### **2.4.2.5. Kompozit Rezinlerin Fiziksel Özelliklerinin Belirlenmesi**

Bir materyalin çevresindeki değişikliklere karşı verdiği yanıtlar ‘fiziksel özellikler’ olarak adlandırılmaktadır. Fiziksel özellikler; mekanik, elektriksel ve elektrokimyasal, termal olmak üzere üç grupta incelenmektedir (130).

Fiziksel değişmezler; materyale has özelliklerdir ve ısıl genleşme katsayısı, ısıl iletkenlik ve yalıtkanlık, su emilimi ve suda çözünürlüğe bağlı boyutsal değişimlerden oluşmaktadır. Stres, sertlik, elastisite modülü, akma dayanımı, bükülme dayanımı ve kırılma tokluğu ise mekanik özellikler kavramı içerisinde yer almaktadır (130).

##### **2.4.2.5.1. Su Emilimi**

Su emilimi, materyalin yüzey bölgesindeki her bir parçanın kazandığı ağırlıkça artış değeri ( $\text{mg}/\text{cm}^3$ ) veya ağırlık yüzdesi olarak açıklanmaktadır (131, 132).

Rezin esaslı kompozitlerde su emilimi, polimer-matrisin ayrılması ve reaksiyona girmemiş monomerlerin serbestleşmesi gibi birtakım dezavantajlara yol açan, malzemenin kimyasal olarak bozulmasına neden olabilen bir durum olarak tarif edilmektedir (133).

Kompozit rezinlerin su emilimi özelliklerinin değerlendirildiği bir çalışmada; farklı monomerlerden oluşan kompozitler için, uzun süreli su emilimi değerlerinde fark olduğu rapor edilmiştir (134). Bu çalışmadaki su emilimi oranları; TEGDMA> Bis-GMA> UDMA şeklinde belirtilmiştir. TEGDMA’da gözlenen fark, hidrofilik eter bağlantısının varlığına, UDMA’da üretan bağlantısına ve Bis-GMA’da hidroksil grubuna atfedilmiştir. Su emiliminde su, polimerik ağa moleküller arası boşluklar ve gözenekler ile girmektedir. Polimer ağın yoğunluğu ve polar etkileşim, hidrojen bağlama potansiyeli, restoratif materyale suyun alınımlı oranını belirleyen faktörler olarak sayılabilmektedir (134).

Su emilimi kompozit rezinin mekanik özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Tüm kompozit rezinler ağız içerisinde su emilimine sahiptir ve higroskopik ekspansiyona uğramaktadır (135). Suyun rezin tarafından tutulması, doldurucu ve

matriks arasındaki bağlanmanın bozulmasında, matriksin plastizasyonunda, materyalin çekme dayanıklılığı ve aşınma direncinin azalmasında direkt etkili olmaktadır. Bununla birlikte silan hidrolizi ve mikro çatlakların oluşumu, kompozit rezinlerin ömrünün azalmasına neden olmaktadır (136, 137).

Oral ortamdaki nem, hidroliz veya enzimatik hidroliz nedeniyle kimyasal bozunmaya ve kompozit rezin materyallerin erozyonuna neden olabilmektedir. Tükürükteki enzimlerin, rezin matrisin kimyasal bozunmasında rol oynadığı gösterilmiştir. Kompozit rezinlerin kimyasal parçalanmaya karşı duyarlılığı, rezin matriksini oluşturan farklı monomere ve çapraz bağlanma derecesine bağlı olmaktadır. Ayrıca, dolgu ve hacim fraksiyonunun tipi, su emilimini ve çözünürlük davranışını etkilemektedir (1).

Mikro dolduruculu kompozitlerin su emilimi sonucu renk değiştirme potansiyelleri, hibrit kompozitlerden daha fazla bulunmuştur. Çünkü daha az inorganik partikül ve daha küçük partikül boyutuna sahip kompozitlerin su emilimi özelliğinin daha az olduğu bildirilmiştir (1). Silan bağlayıcı ajanın kalitesi ve stabilitesi de, su emilimi miktarını en aza indirmede önemli bulunmuştur. Oral sıvılardan su emilimi ile ilişkili higroskopik genleşme, polimerizasyon stresini hafifletebilmektedir. Ancak su emilimi, polimerizasyon büzülmesi ve stres gelişimi ile karşılaştırıldığında yavaş bir işlem olarak bulunmuştur (1).

#### **2.4.2.5.2. Suda Çözünürlük**

Çözünürlük, materyalin dağılması ve erimesini ifade etmektedir. Restoratif materyallerin çözünürlüğü, biyouyumluluğunu etkilemektedir (138). Başka bir ifadeyle suda çözünürlük, rezinlerin ağız sıvıları karşısındaki ayrışma özelliği olarak tanımlanmaktadır (1).

Yapılarından dolayı hava kabarcığı içeren kompozitlerdeki hava boşlukları polimerize olmamış materyallerle etkileşerek inhibisyon bölgelerinin oluşumuna yol açmakta ve materyalin suda çözünürlüğünü arttırmaktadır (139).

Suda çözünürlük, rezinin boyutsal değişimlerini etkilemekte; ayrıca yüzey sertliğini azaltmakta, aşınma direncini ve renk kararlılığını bozmaktadır. Su

emilimini ve kompozit rezinin suda çözünürlüğünü etkileyen faktörler; kullanılan kompozit tiplerini, kimyasal bileşimi, depolama süresini, depolama çözeltisinin pH'sini ve polimerizasyon derecesini içermektedir (140).

#### **2.4.2.5.3. Su Emilimi-Suda Çözünürlük Değerlendirme Yöntemleri**

Su emilimi ve suda çözünürlük, kompozit rezinlerin dayanıklılığını, aşınma direncini, hacimlerini ve renk stabilitelelerini etkilemektedir. Çalışmalarda, kompozit restorasyonların mekanik özelliklerin zayıflaması ve klinik ömürlerinin azalmasının, yüksek su emilimi ve suda çözünürlük ile ilişkili olduğu rapor edilmiştir (141, 142). Restoratif materyallerin su emilimi ve suda çözünürlüğü, klinik öneme sahiptir. Materyallerin su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin fazla olması, restorasyonda marjinal bütünlüğün, yüzey özelliklerinin ve estetiğin kaybına neden olmakta ve restorasyonun başarısızlığı ile sonuçlanmaktadır (143).

Diş hekimliğinde kullanılan su emilimi ve suda çözünürlük testleri, ISO 4049:2009'a göre standardize edilmiştir. ISO 4049:2009'a göre örnekler 22 saat, taze kurutulmuş beyaz silika içeren desikatörde  $37 \pm 1$  °C'de ve 2 saat daha  $23 \pm 1$  °C'de bekletilmektedir. Her bir örneğin kalınlığı 3 farklı noktadan elektronik kumpasla ölçülmekte ve hacimleri (V) mm<sup>3</sup> olarak hesaplanıp kaydedilmektedir. Örnekler daha sonra 0.0001 gr hassasiyetinde ölçüm yapabilen hassas bir terazide tartılmaktadır. Bu döngü, her bir numunenin kütle kaybı 24 saatte 0.1 mg'den daha düşük olana kadar tekrar edilmektedir. Bu sabit kütle,  $m_1$ , numunenin başlangıç kütlesi olarak alınmakta ve mikrogram ( $\mu\text{g}$ ) olarak kaydedilmektedir. Son kurutmadan sonra, her numunenin kalınlığı ve çapı bir dijital kumpas kullanılarak ölçülüp, numunelerin ortalama hacmi (V), kübik milimetre (mm<sup>3</sup>) cinsinden hesaplanmaktadır. Her örnek 7'şer günlük periyotlarla ölçüm yapılmak istenen gün sayısı kadar  $37 \pm 1$  °C'de damıtılmış suya daldırılmakta ve bir etüvde bekletilmektedir. Diskler depolama periyodunu tamamladıktan sonra çıkarılmakta ve emici kağıt yardımı ile kurutulup tekrar tartılmaktadır. Yeni ölçülen kütle  $m_2$  olarak kaydedilmektedir. Daha sonra, örnekler  $m_1$  için tarif edilen aynı çevrimi kullanarak sabit bir ağırlığa ( $m_3$ ) ulaşana kadar desikatörde tutulmaktadır. Su emilimi (Wem) ve su çözünürlüğü (Wçöz), her bir

milimetrekarede mikrogramda ifade edilen deęerler, ařaęıdaki formüller kullanılarak hesaplanmaktadır:  $W_{em} = (m_2 - m_3) / V$ ;  $W_{\text{öz}} = (m_1 - m_3) / V$  (144, 145).





### 3. GEREÇ VE YÖNTEM

Bu *in vitro* çalışma; Süleyman Demirel Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı, Süleyman Demirel Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölüm Laboratuvarı, Süleyman Demirel Üniversitesi Yenilikçi Teknolojiler Uygulama ve Araştırmalar Merkezi Enerji Teknolojileri Birimi, Süleyman Demirel Üniversitesi Yenilikçi Teknolojiler Uygulama ve Araştırmalar Merkezi Uygulamalı Temel Bilimler Birimi ve Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Bilimsel ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde gerçekleştirilmiştir. Çalışmaya ait verilerin istatistiksel değerlendirilmesi, Süleyman Demirel Üniversitesi Tıp Fakültesi Temel Tıp Bilimleri Bölümü Biyoistatistik Anabilim Dalı'nda yapılmıştır.

Bu çalışma yedi aşamada gerçekleştirilmiştir:

1. Anataz formundaki  $TiO_2$  tozlarından  $TiO_2$  nanotüplerin sentezlenmesi ve karakterizasyonu,
2.  $TiO_2$  nanotüplerin fonksiyonlaştırılması,
3. Kompozit rezinlere ait örneklerin hazırlanması,
4.  $TiO_2$  nanotüp ilavesi öncesi su emilimi ve suda çözünürlük testlerinin uygulanması,
5.  $TiO_2$  nanotüplerin kompozit rezinlere ilavesi,
6.  $TiO_2$  nanotüp ilave edilmiş kompozit rezinlere su emilimi ve suda çözünürlük testlerinin uygulanması,
7. Verilerin istatistiksel analizi ve sonuçların değerlendirilmesi.

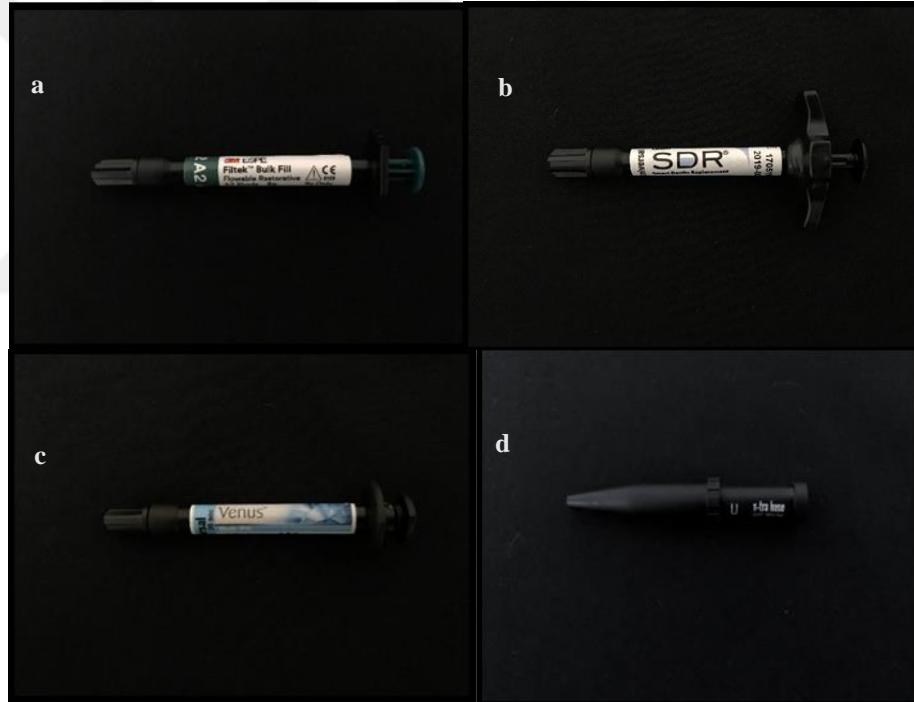
#### 3.1. Çalışmada Kullanılan Restoratif Materyaller

Bu tez çalışması deneysel bir çalışma olup, deneylerde 1 adet akışkan kompozit rezin (3M Filtek Ultimate Flowable) ve 4 farklı akışkan bulk-fill kompozit rezin (Filtek Bulk Fill Flowable, Surefil SDR Flowable, Venus Bulk Fill Flowable,

X-tra Base Flow) kullanılmıştır (Resim 2-3). Çalışmada kullanılan kompozit rezinler ve içerikleri Tablo 2’de gösterilmiştir.



**Resim 2.** Çalışmada kullanılan akışkan kompozit rezin (Filtek Ultimate Flowable, 3M ESPE)



**Resim 3.** Çalışmada kullanılan akışkan bulk-fill kompozit rezinler a)Filtek Bulk Fill Flowable, 3M ESPE b)Surefil SDR Flowable, Dentsply c) Venus Bulk Fill Flowable, Heraeus Kulzer d)X-tra Base Flow, Voco

**Tablo 2.** Çalışmada kullanılan akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezin materyalleri

Materyal Tipi	Ticari İsim	İçerik	Doldurucu Oranı (Ağırlıkça / Hacimce)	Lot No	Üretici Firma
Akışkan Kompozit Resin	Filtek Flowable	BisGMA, TEGDMA ve BisEMA, nanoboyutta silika, zirkonya öbekler ve ytterbium trifluorid.	%65 %46	N947242	3M Espe, St.Paul, MN,ABD
Akışkan Bulk- Fill Kompozit Resin	Filtek Bulk Fill Flowable	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, ytterbiyum triflorid, zirkon silika.	%64.5 %42.5	N900884	3M Espe, St.Paul, MN,ABD
Akışkan Bulk- Fill Kompozit Resin	SDR	SDR™ patenli modifiye UDMA, TEGDMA, baryum ve stronsiyum alumino-floro-silikat cam partikülleri.	%67 %47.3	170519	Dentsply, Konstanz, Almanya
Akışkan Bulk- Fill Kompozit Resin	Venus	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, silisyum dioksit partikülü, ytterbiyum triflorid, Ba-Al-F silika partikülleri.	%65 %38	K010206	Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Almanya
Akışkan Bulk- Fill Kompozit Resin	X-tra Base Flow	UDMA, Bis-GMA, Bis-EMA.	%75 %61	1823197	Voco GmbH, Cuxhaven, Almanya

**Kısaltmalar:** Bis-EMA; Etoksilenmiş bisfenol-A glikol dimetakrilat, Bis-GMA; Bisfenol-A glisidil metakrilat, SDR; Smart Dentin Replacement, TEGDMA; Trietilen glikol dimetakrilat, UDMA; Üretan dimetakrilat

### 3.2. Çalışmada Kullanılan Laboratuvar Malzemeleri

Bu çalışmadaki deneylerde; 13 nm çapında, %99,5 saflık derecesinde ve anataz formunda titanyum dioksit (TiO<sub>2</sub>) tozu (Nanografi, ODTÜ Teknokent, Ankara, Türkiye), sodyum hidroksit (NaOH) (Isolab GmbH, Wertheim, Almanya), 2-propanol (Sigma-Aldrich, Taufkirchen, Almanya), hidroklorik asit (HCl) (Merck GKAA, Darmstadt, Almanya) ve metakrilik asit (Sigma-Aldrich, Taufkirchen, Almanya) laboratuvar malzemeleri kullanılmıştır (Resim 4).



**Resim 4.** Çalışmada kullanılan laboratuvar malzemeleri a) Titanyum dioksit ( $\text{TiO}_2$ ) tozu b) Sodyum hidroksit (NaOH) c) 2-propanol d) Hidroklorik asit (HCl) e) Metakrilik asit

### 3.3. Titanyum Dioksit ( $\text{TiO}_2$ ) Nanotüplerin Sentezlenmesi

Çalışmada; 13 nm çapında, anataz formunda ve %99,5 saflık oranına sahip  $\text{TiO}_2$  tozu kullanıldı. Nanotüp sentezi öncesi  $\text{TiO}_2$  tozunun morfolojik olarak karakterizasyonu için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) kullanıldı.  $\text{TiO}_2$  tozundan  $\text{TiO}_2$  nanotüplerin elde edilmesi, hidrotermal sentez yoluyla gerçekleştirildi. Hassas terazide (Precisa XB 205A SCS, Zürih, İsviçre) (Resim 5).  $\text{TiO}_2$  tozu 1 gr tartıldıktan sonra üzerine 10M NaOH (%99,5 w/w) solüsyonu eklendi. Bu karışım, Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Bilimsel ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'ndeki otomatik su beslemeli yüksek basınç buhar sterilizatörü (Systec V-55, Wettenberg, Almanya) (Resim 6)

kullanılarak 135 °C’de 24 saat süreyle karıştırıldı. Otoklavdan alınan numune, pH=7 olana kadar saf su ile yıkandı. Yıkama işlemi tamamlandıktan sonra henüz toz formunda olan numune, 0.1 M HCl (%32 w/w) içerisinde yıkandı. Daha sonra deiyonize su ile pH=7 oluncaya kadar tekrar yıkanıp numune filtrelendi. TiO<sub>2</sub> tozundan sentezlenen TiO<sub>2</sub> nanotüplerin morfolojik olarak karakterizasyonu için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) ve X-Işını Kırınım Difraktometresi (XRD) kullanıldı.



**Resim 5.** Hassas terazi



**Resim 6.** Otomatik su beslemeli yüksek basınç buhar sterilizatörü

### 3.4. Sentezlenen Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüplerin Fonksiyonlaştırılması

Sentezi gerçekleştirilip kurutulmuş TiO<sub>2</sub> nanotüplerin homojen dağılmasını ve kompozit rezine daha iyi bağlanmasını sağlamak amacıyla, TiO<sub>2</sub> nanotüplere metakrilik asit ile fonksiyonlaştırma işlemi uygulandı. Fonksiyonlaştırma işlemi için öncelikle kurutulmuş haldeki TiO<sub>2</sub> nanotüp tozlarından hassas terazide 0,3 gr tartılıp, üzerine 6 ml 2-propanol asit eklenerek ultrasonik banyoda (Elmasonic S 80 H, Elma Schmidbauer GmbH, Singen, Almanya) (Resim 7) yarım saat bekletildi. Daha sonra 3,6 ml metakrilik asit eklenerek, 80 °C'de 16 saat karıştırıldı. Karıştırma işlemi sonrası elde edilen solüsyon 6000 rpm'de 15 dk süreyle santrifüj edildi ve saf su ile 4 kez yıkandı. Yıkanan fonksiyonel TiO<sub>2</sub> nanotüpler, 80 °C'de vakum altında 5 saat süreyle kurutuldu.



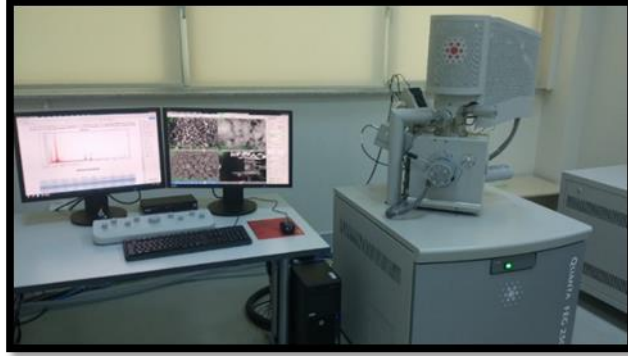
Resim 7. Ultrasonik banyo

### 3.5. Fonksiyonlaştırılmış Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüplerin Karakterizasyonu

#### 3.5.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılımı Spektrometresi (EDS)

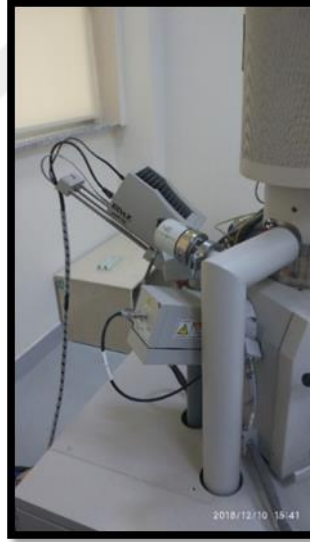
Sentezlenen TiO<sub>2</sub> nanotüplerin morfolojik olarak karakterizasyonu, Süleyman Demirel Üniversitesi Yenilikçi Teknolojiler Uygulama ve Araştırmalar Merkezi'nde SEM (Quanta Feg 250, FEI, Hollanda) (Resim 8) kullanılarak gerçekleştirildi. TiO<sub>2</sub>

nanotüpler; düşük vakum (60 Pa), yüksek voltaj (10 kV) tekniği kullanılarak 12,7-13,2 mm mesafede, X 20.000, X 50.000 ve X 100.000 büyütmelerde incelendi.



**Resim 8.** Taramalı elektron mikroskobu

TiO<sub>2</sub> nanotüplerinin elementel kimyasal bileşiminin analizi SEM EDS (Quanta Feg 250, FEI, Hollanda) (Resim 9) ile gerçekleştirildi. TiO<sub>2</sub> tozunun ve TiO<sub>2</sub> tozundan elde edilen nanotüpün farklı bölgelerinden 4 adet EDS görüntüsü elde edildi ve her bir elementin ortalama ağırlık yüzdesi 4'e bölünerek hesaplandı.



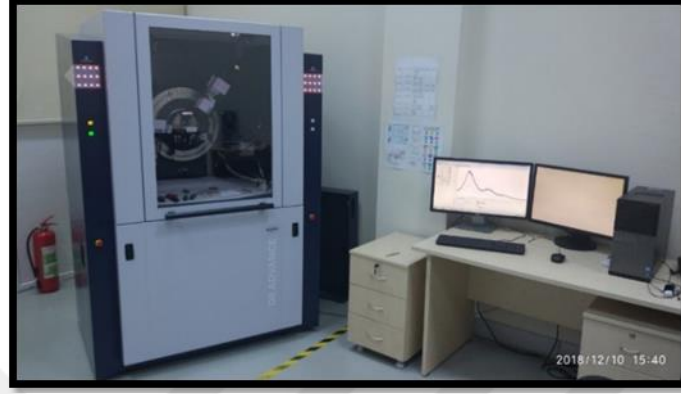
**Resim 9.** Enerji dağılımı spektrometresi

### **3.5.2. X-Işını Kırınım Difraktometresi (XRD)**

TiO<sub>2</sub> nanotüplerin kristal faz ve boyutlarının analizi XRD (Bruker D8 Advance Twin-Twin, Karlsruhe, Almanya) (Resim 10) ile gerçekleştirildi. XRD analizi için, 0,1 gr kalsine edilmiş toz nazikçe öğütülerek numune hazırlandı. Toz şeklindeki numune, düz bir plakaya yerleştirildi ve analiz için XRD cihazının



haznesine yerleştirildi. Numuneler; 40 kV, 40 mA ve 1600 watt parametrelerinde incelendi. Veriler, 19° ila 81° arasında, 0.01° adım boyutunda ve 2°/dakika tarama hızındaki saçılma açısında toplandı. X ışını olarak Cu K $\alpha$  kullanıldı ve K $\alpha$ , 1.5418 Å dalga boyu kullanılarak hesaplandı.



**Resim 10.** X-Işını Kırınım Difraktometresi

### 3.5.3. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

FTIR (Perkin Elmer Spectrum BX, Waltham, MA 02451, ABD) ile TiO<sub>2</sub> nanotüpler ve metakrilik asit ile fonksiyonlaştırılmış TiO<sub>2</sub> nanotüpler karakterize edildi (Resim 11). 2 mg numune, potasyum bromür (KBr) ile 100 mg'a seyreltildi. Bu karışımdan 80 mg numune, 8x10<sup>4</sup> Newton kuvvet uygulanarak preslendi ve pelet haline getirildi. Hazırlanan pelet cihaza yerleştirildi, orta infrared bölgesinde 16 tarama sayısı uygulandı ve 16 spektrumun ortalama değeri kayıt altına alındı. Veriler; 400-4000 cm<sup>-1</sup> aralığında, 4 cm<sup>-1</sup> çözünürlükte ve 2 cm<sup>-1</sup> aralıklarla tarama yapılarak kaydedildi.



**Resim 11.** Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi



### 3.6. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüplerin Kompozit Rezine ile Karıştırılması

TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesi öncesi hazırlanan kompozit rezinler, hassas terazi ile tartıldı ve her bir diskin ağırlığı ortalama 0,28 gr, her bir gruptaki 15 kompozit diskin ortalama ağırlığı 4,2 gr olarak belirlendi. Her bir gruptaki 15 kompozit diske eklenecek, ağırlıkça %1 fonksiyonlaştırılmış TiO<sub>2</sub> nanotüplerin ağırlığı 0,042 gr olarak tespit edildi. Hassas terazi ile ölçülerek belirlenen bu 0,042 gr nanotüp oranı, spatülasyon yöntemi ile kompozit rezinlere ilave edildi.

### 3.7. Örneklerin Hazırlanması

Çalışmamızda kullanılacak her bir restoratif materyal için 15 adet disk şeklinde örnek TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmeden, 15 adet disk şeklinde örnek TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edildikten sonra hazırlandı ve materyallere ait bu diskler, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesine göre 2 gruba ayrıldı (Tablo 3) (Resim 12).

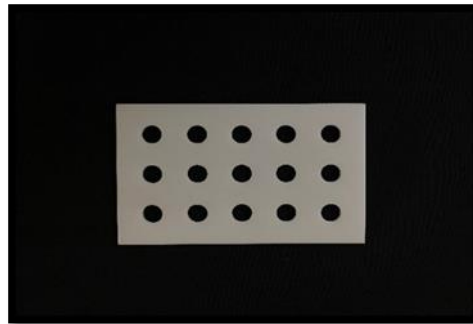
**Tablo 3.** Örneklerin kompozit rezinlere ve TiO<sub>2</sub> ilavesine göre gruplandırılması.

Grup Adı	Alt Grup	Örnek Sayısı
Grup 1 3M Filtek Ultimate Flowable	A-TiO <sub>2</sub> nanotüp ilavesiz	15
	B-TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli	15
Grup 2 3M Filtek Bulk Fill Flowable	A-TiO <sub>2</sub> nanotüp ilavesiz	15
	B-TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli	15
Grup 3 Dentsply Surefil SDR Flowable	A-TiO <sub>2</sub> nanotüp ilavesiz	15
	B-TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli	15
Grup 4 Venus Bulk-Fill Flowable	A-TiO <sub>2</sub> nanotüp ilavesiz	15
	B-TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli	15
Grup 5 Voco X-tra Base Flow	A-TiO <sub>2</sub> nanotüp ilavesiz	15
	B-TiO <sub>2</sub> nanotüp ilaveli	15



**Resim 12.** Kompozit rezinlere ait disk şeklindeki örnekler 1) 3M Filtek Ultimate Flowable 2) 3M Filtek Bulk Fill Flowable 3) Dentsply Surefil SDR Flowable 4) Venus Bulk Fill Flowable 5) Voco X-tra Base Flow

Materyaller, 8 mm çapında, 2 mm kalınlığında silindirik teflon kalıplar (Resim 13) içine yerleştirildi. Örneklerin yüzeyleri; şeffaf bant ve iki adet cam arasında sıkıştırılarak fazla materyal uzaklaştıktan sonra 80 watt gücünde, 400-550 mW/cm<sup>2</sup> ışık yoğunluğunda ve 400-500 nm dalga boyunda bir halojen ışık cihazı (Demetron LC, Kerr, Collins Ave, ABD) (Resim 14) kullanılarak üretici firmanın tavsiyesi doğrultusunda polimerize edildi (Tablo 4). Tüm gruplarda kullanılan kompozit rezinin rengi, standardizasyonu sağlamak amacıyla A2 olarak belirlendi. TiO<sub>2</sub> nanotüplerin spatülasyon yöntemi ile kompozit rezinlere ilavesinden sonra hazırlanan her bir materyale ait 15 adet disk için yukarıda belirtilen prosedürler uygulandı. Kompozit rezinlerin, TiO<sub>2</sub> nanotüpler karıştırılmadan önce SEM ile X 2.000, X 5.000 ve X 50.000 büyüklükte; TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesi sonrası SEM ile X 5.000, X 20.000 ve X 50.000 büyüklüklerde morfolojik görüntüsü elde edildi.



**Resim 13.** Örneklerin hazırlanmasında kullanılan teflon kalıp



**Resim 14.** Kompozit rezinlerin polimerazyonunda kullanılan ışık cihazı

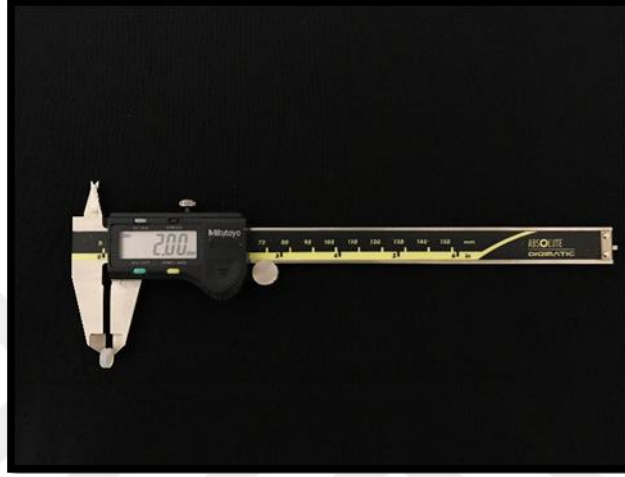
**Tablo 4.** Çalışmada Kullanılan Kompozit Rezinlerin Polimerizasyon Yöntemleri

<b>Materyal</b>	<b>Polimerazsyon Yöntemi</b>
3M Filtek Ultimate Flowable	Materyal teflon kalıba yerleştirildikten sonra 20 sn. görünür ışıkla polimerize edilir.
3M Filtek Bulk Fill Flowable	Materyal teflon kalıba yerleştirildikten sonra 40 sn. görünür ışıkla polimerize edilir.
Dentsply Surefil SDR Flowable	Materyal teflon kalıba yerleştirildikten sonra 20 sn. görünür ışıkla polimerize edilir.
Venus Bulk Fill Flowable	Materyal teflon kalıba yerleştirildikten sonra 20 sn. görünür ışıkla polimerize edilir.
Voco X-tra Base Flow	Materyal teflon kalıba yerleştirildikten sonra 40 sn. görünür ışıkla polimerize edilir.

### **3.8. Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Testleri**

Her bir materyale ait örneklerin kalınlığı, 3 farklı noktadan elektronik kumpasla (C-master, Mitutoyo, Tokyo, Japonya) (Resim 15) ölçüldü ve hacimleri (V) mm<sup>3</sup> olarak hesaplanarak kaydedildi. Örnekler, havanın rahatça ortamda dolaşmasını sağlamak amacıyla delikli kaplara konarak desikatöre (Resim 16) yerleştirildi. Örneklerden nemin uzaklaşabilmesi için desikatörün cam hazne kısmının tabanına kalsiyum klorür (CaCl<sub>2</sub>) yerleştirildi. Desikatörün kapağı, hava almasını engelleyecek şekilde sıkıca kapatıldı. Desikatör, bekleme süresi boyunca oda ısısında tutuldu. Örnekler daha sonra 0,0001 gr hassasiyetinde ölçüm yapabilen hassas terazide tartıldı. Bu sabit kütle, m<sub>0</sub>, numunenin başlangıç kütlesi olarak alındı

ve kaydedildi. Ortamdaki hava akımından etkilenmemek amacıyla terazinin her iki tarafında bulunan küçük sürgülü cam pencereler ölçüm boyunca kapalı tutuldu. Daha sonra örnekler; distile su içerisinde, 1, 7, 14 ve 21 gün süreyle desikatörde bekletildi. Sürelerin sonunda desikatörden çıkartılan örnekler kurutuldu ve ağırlıkları ölçülüp kütleleri ( $m_1$ ) kaydedildi. Ölçümü yapılan örnekler, tekrar desikatöre yerleştirilip oda sıcaklığında 24 saat bekletildi ve sonuç kütleleri ( $m_2$ ) belirlendi.



**Resim 15.** Çalışmada kullanılan dijital kumpas



**Resim 16.** Çalışmada kullanılan desikatör

### **3.9. Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Hesaplamaları**

Su emilimi ve çözünürlük değerlerinin, ISO 4049:2009 standartlarına uygun olarak hesaplanması amacıyla Denklem 1 ve 2’de belirtilen formüller kullanıldı:

### Su Emilimi

$$W_{em} \text{ (mg/cm}^3\text{)} = (m_1 - m_2)/V$$

W<sub>em</sub>: Su emilimi

m<sub>1</sub>: İkinci ölçüm değerleri (1, 7, 14 ve 21 gün sonundaki ağırlık ölçümleri)

m<sub>2</sub>: Üçüncü ölçüm değerleri (desikatörde ikinci kez bekletilen örneklerin ağırlığı)

V: Örnek hacmi

**Denklem 1.** Kompozit disklerin su emilimi değerlerinin hesaplanmasında kullanılan formül.

### Suda Çözünürlük

$$W_{\text{çöz}} \text{ (mg/cm}^3\text{)} = (m_0 - m_2)/V$$

W<sub>çöz</sub>: Çözünürlük

m<sub>0</sub>: İlk ağırlık (desikatörde ilk kez bekletilen örneklerin ağırlığı)

m<sub>2</sub>: Üçüncü ölçüm değerleri (oda ısısında desikatörde 24 saat bekletilen örneklerin ağırlığı)

V: Örnek hacmi

**Denklem 2.** Kompozit disklerin suda çözünürlük değerlerinin hesaplanmasında kullanılan formül.

### **3.10. İstatistiksel Değerlendirme**

Deney çalışmalarına başlamadan önce yapılacak ikili grup karşılaştırmaları için parametrik t-eşleme (benzerlik) testi veya non parametrik olan Wilcoxon eşleme testleri için minimum örneklem büyüklüğü, GPower 3.1.9.2 (by Franz Faul, Universitat Düssel, Germany) versiyonu tarafından hesaplandı ve çalışmada kullanılacak minimum örneklem sayısı 15 olarak hesaplandı. Test için gerekli olan güç değeri de 0.8 olarak alındı.

Farklı kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlük verilerinin dağılımlarının normalitesini tespit etmek amacıyla Kolmogorov-Smirnov testleri uygulandı. Bu testlerin sonucunda; bazı verilerin normal dağılım gösterdiği, bazı verilerin ise normal dağılım göstermediği gözlemlendi ( $p < 0,05$ ). Araştırmada örneklem sayısının  $n=15$  ile sınırlı olması nedeniyle, çalışmanın istatistik analiz testlerinde

parametrik olmayan yöntemler kullanıldı. TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmemiş ve TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmiş her bir kompozitin su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin kendi içinde zamana bağlı değişimlerinin karşılaştırılması için eşlemeli Wilcoxon Signed Rank testi ve Friedman testi kullanıldı. Bu veriler için Dunn-Bonferroni post-hoc düzeltmesi yapıldı. TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmemiş farklı kompozit rezinlerin her bir güne ait su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin birbirleri ile karşılaştırılması ve TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmiş farklı kompozit rezinlerin her bir güne ait su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin birbirleri ile karşılaştırılması amacıyla bağımsız Kruskal-Wallis H testi kullanıldı. Bağımsız çoklu karşılaştırmalarda I. grup hata oranının artmaması için Bonferroni post-hoc düzeltmesi yapıldı. TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmemiş ve TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmiş aynı ve farklı kompozit rezinlerin her bir güne ait su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin birbirleri ile karşılaştırılması amacıyla parametrik olmayan bağımsız Mann-Whitney U testi kullanıldı.

Araştırmamızda tanımlayıcı istatistik olarak; verilerin çoğunluğunda normal dağılım gözlenmediğinden (non-parametrik) dolayı ortalama (mean), sıra ortalaması (mean rank), minimum ve maksimum değerleri kullanıldı.

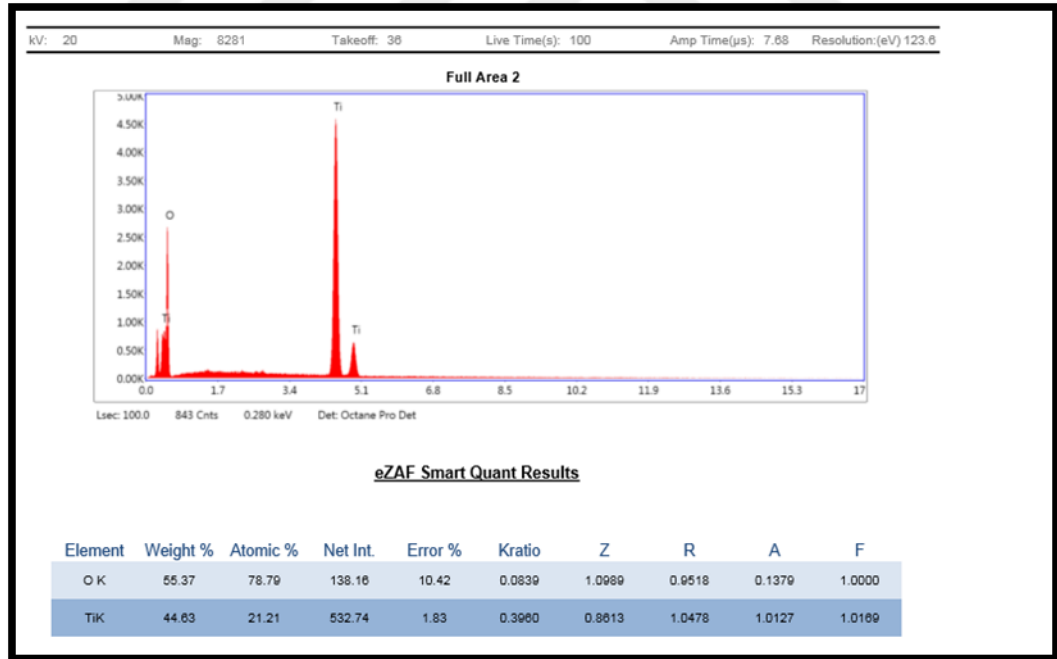
## 4. BULGULAR

### 4.1. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Tozuna Ait Yüzey Bulguları

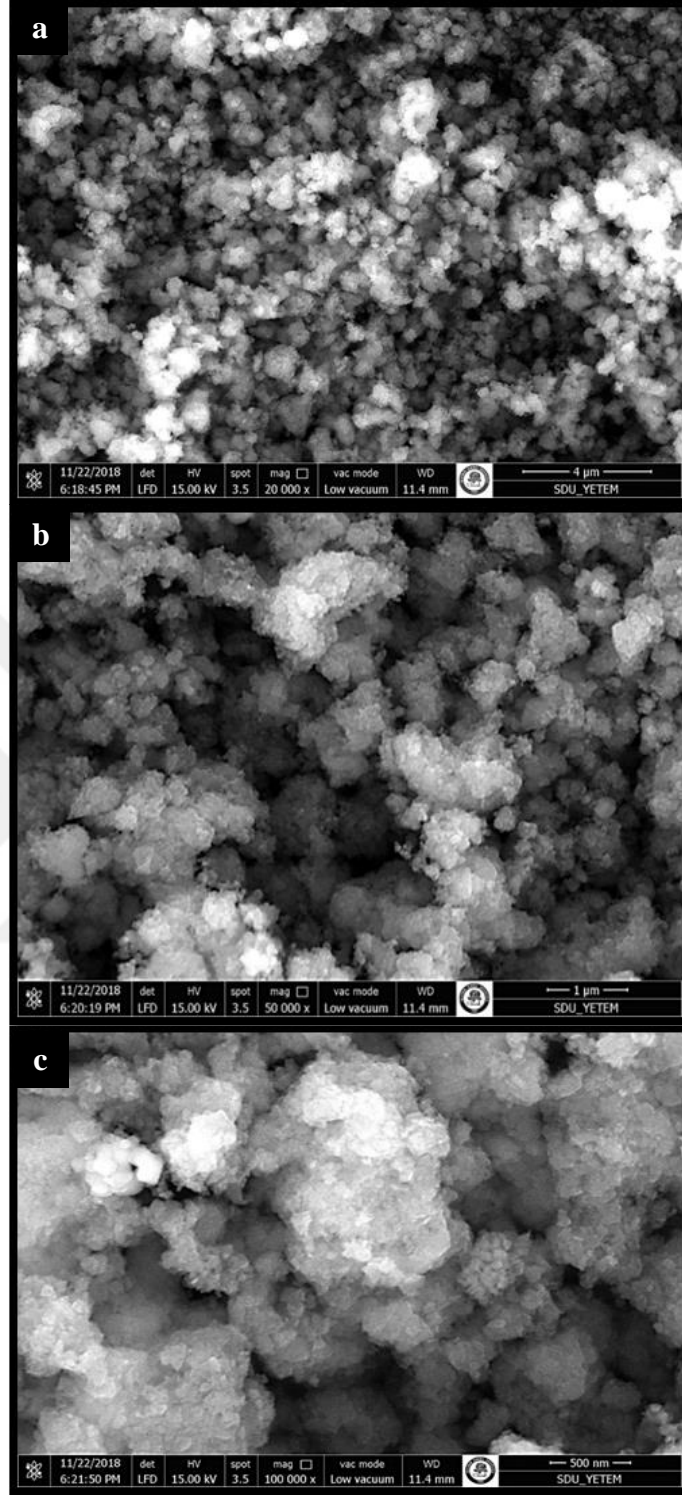
#### 4.1.1. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılımı Spektrometresi'ne Ait Bulgular

TiO<sub>2</sub> tozunun EDS analizi sonucunda, Titanyum (Ti) elementinin ağırlıkça %55,37, Oksijen (O) elementinin ise ağırlıkça %44,63 oranında; Titanyum (Ti) elementinin atomik olarak %78,29, Oksijen (O) elementinin ise atomik olarak %21,21 oranında bulunduğu belirlendi (Şekil 1).

Çalışmada, hidrotermal yöntem ile nanotüp oluşturmak için kullanılan TiO<sub>2</sub> tozunun; X 20.000, X 50.000 ve X 100.000 büyütme ölçeklerinde SEM görüntüsü alınarak, yüzey görüntüleri incelendi. Yüzey görüntülerinde, TiO<sub>2</sub> tozunun bütünüyle homojen bir şekilde dağılmadığı, yer yer kümeleşme varlığı gözlemlendi (Resim 17).



Şekil 1. TiO<sub>2</sub> tozuna ait örneğin EDS sonucunun görüntüsü.



**Resim 17.** TiO<sub>2</sub> tozuna ait örneğin yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 20.000 büyütme b) X 50.000 büyütme c) X 100.000 büyütme.

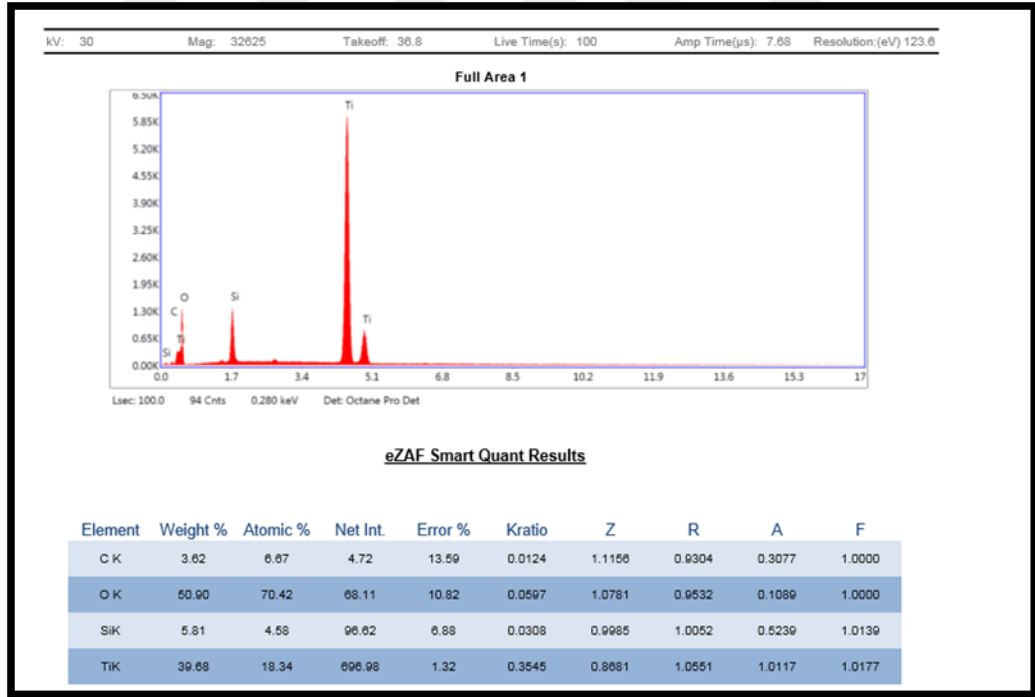


## 4.2. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüplerin Karakterizasyonuna Ait Bulgular

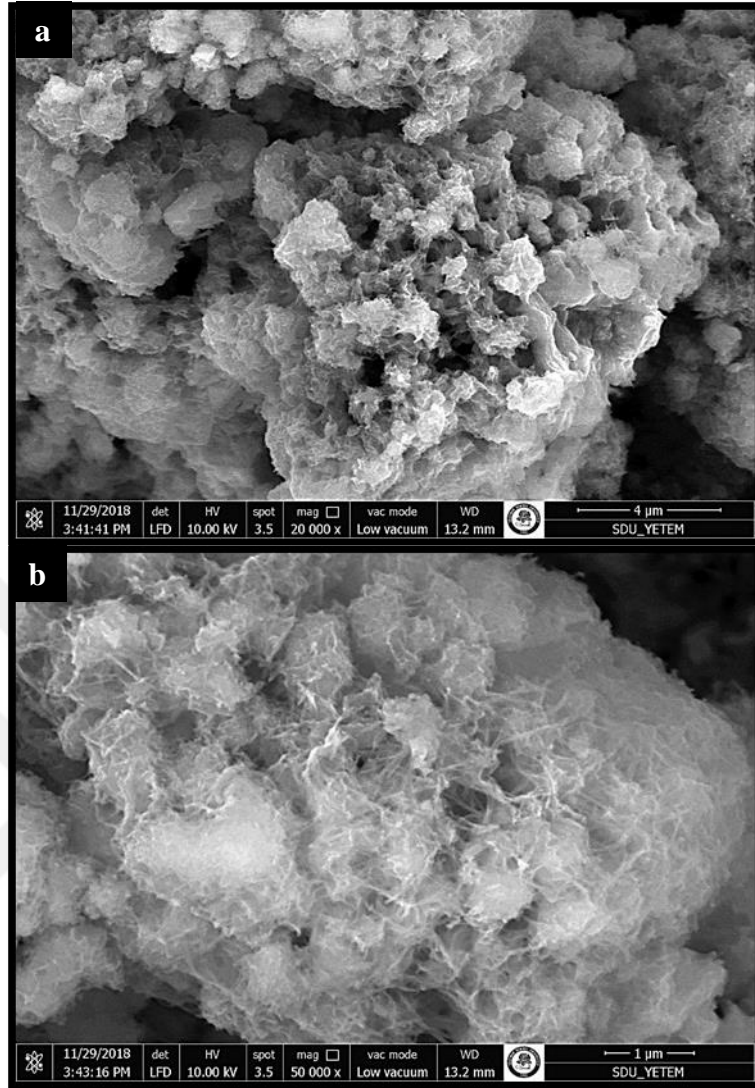
### 4.2.1. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılımı Spektrometresi'ne Ait Bulgular

TiO<sub>2</sub> nanotüpün EDS analizi sonucunda, Titanyum (Ti) ve Oksijen (O)'in en yüksek ağırlık ve atomik yüzdesine sahip olduğu belirlendi. Örnekte ağırlık ve atomik olarak düşük miktarda Karbon (C) ve Silisyum (Si) yüzdeleri de tespit edildi (Şekil 2).

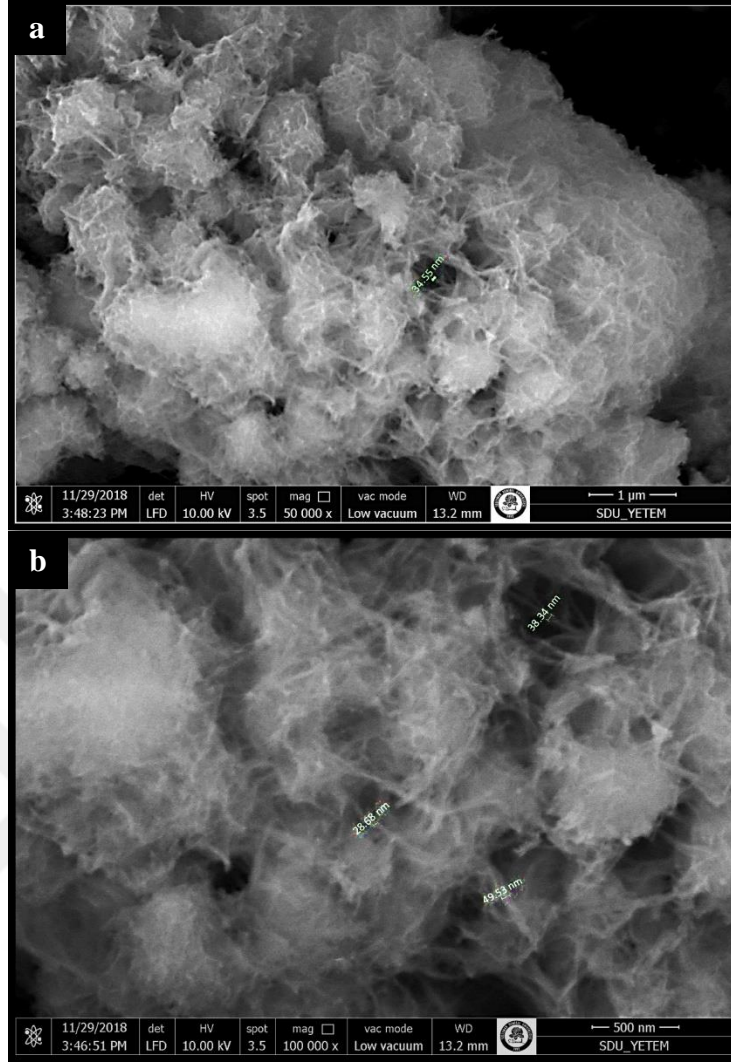
TiO<sub>2</sub> nanotüplerin SEM görüntülerinde; merkezinde içi boş oyuk bulunan, uzun silindir şekilli, ağ şeklinde birbirine dolanmış, uzamış tübüler yapıların varlığı görüntülendi. 10 farklı noktadan yapılan ölçümlerde, tübüler yapıların çapları 28,68-59,90 nm arasında ölçüldü (Resim 18-19).



Şekil 2. TiO<sub>2</sub> nanotübe ait örneğin EDS sonucunun görüntüsü.



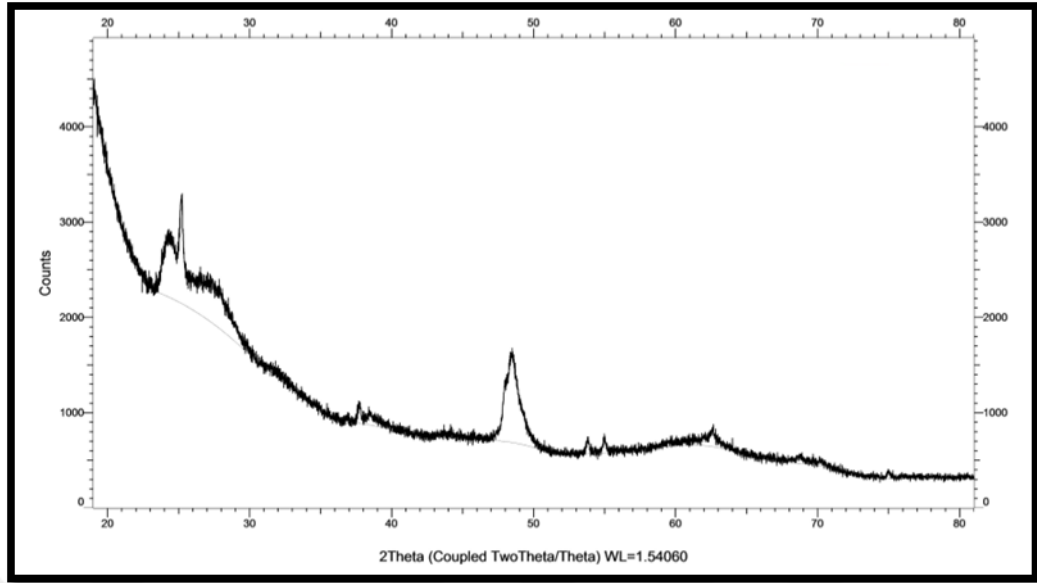
**Resim 18.** TiO<sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri  
a)X 20.000 büyütme b)X 50.000 büyütme.



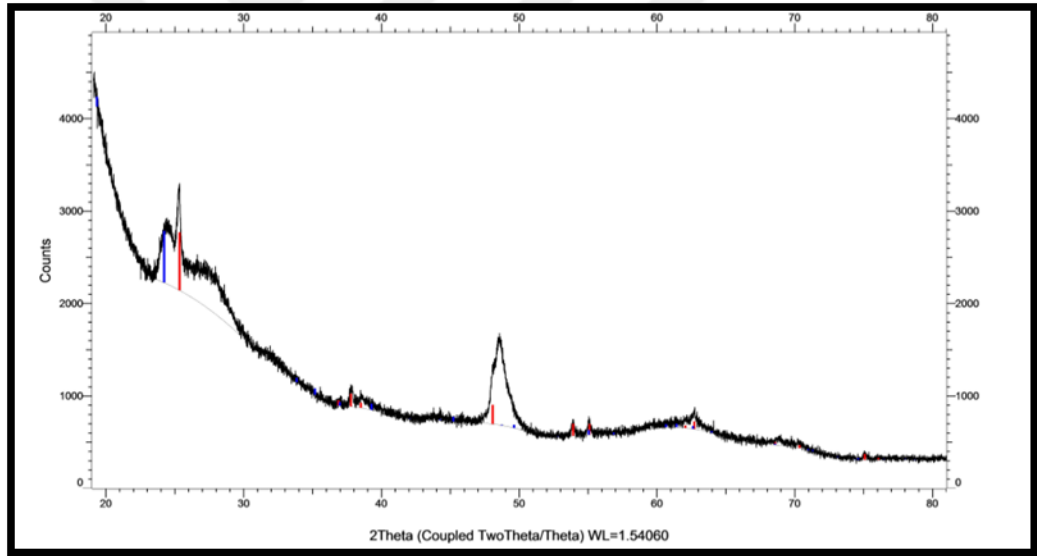
**Resim 19.** TiO<sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri  
a) X 50.000 büyütme (ölçümlü) b) X 100.000 büyütme (ölçümlü).

#### 4.2.2. X-Işını Kırınım Difraktometresi'ne Ait Bulgular

TiO<sub>2</sub> nanotüplerin XRD analizi iki kez tekrarlandı. Her iki test sonucunda da aynı kırınım zirveleri gözlemlendi. 23,7 °, 48,4 ° ve 53,7 °'de diğer tepe noktalarına ek olarak, 25,1 ° 'de belirgin bir kırınım tepe noktası gözlemlendi. Bu kırınım zirvelerinin, TiO<sub>2</sub>'nin anataz kristal fazını ve tetragonal yapısını temsil etmekte olduğu belirlendi (Şekil 3-4).



Şekil 3. TiO<sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin birinci XRD görüntüsü.



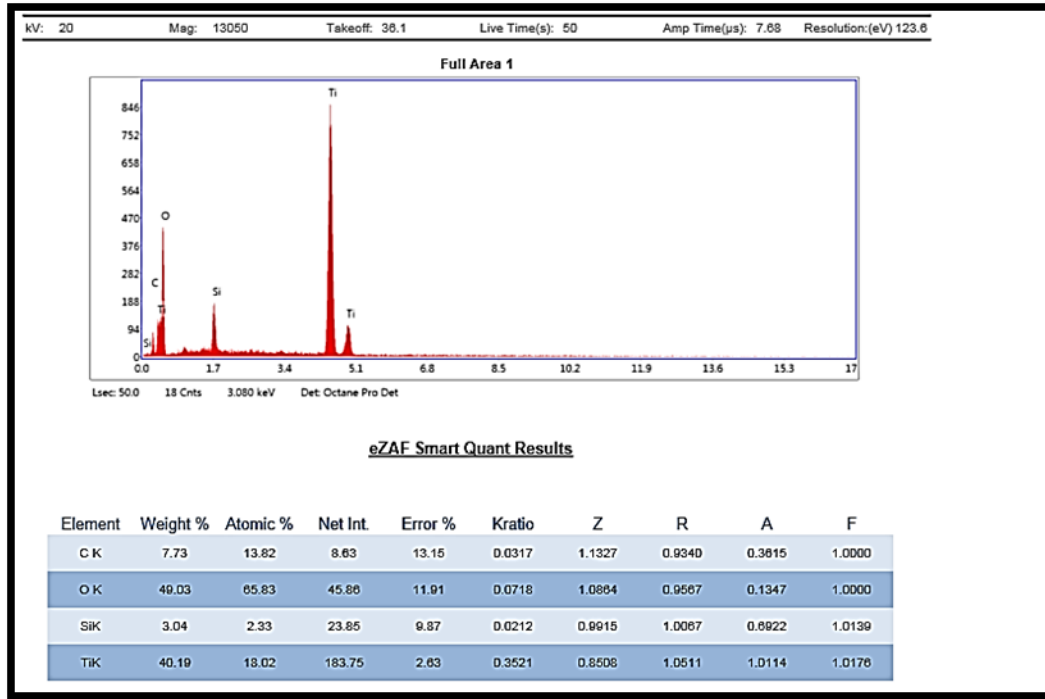
Şekil 4. TiO<sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin ikinci XRD görüntüsü.

### 4.3. Fonksiyonlaştırılmış Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüplerin Karakterizasyonuna Ait Bulgular

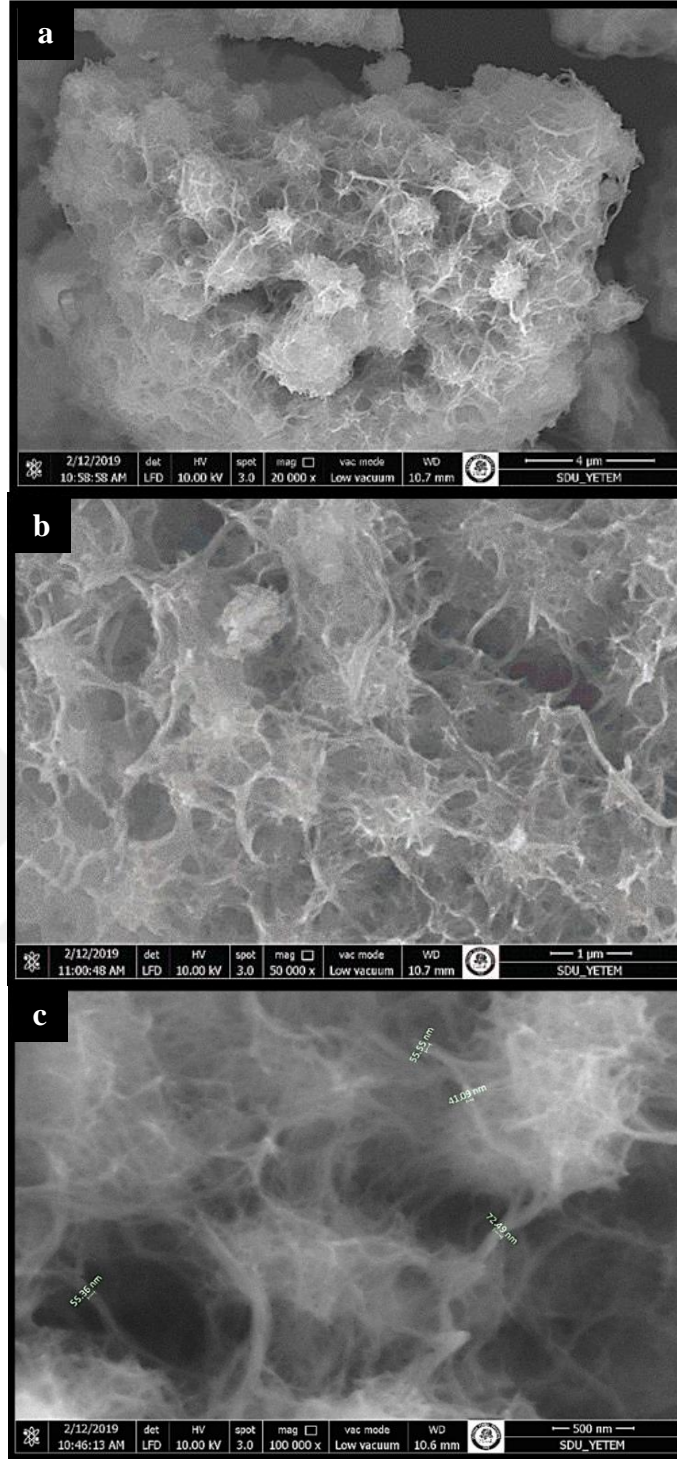
#### 4.3.1. Taramalı Elektron Mikroskobu ve Enerji Dağılımı Spektrometresi'ne Ait Bulgular

Fonksiyonlaştırılmış TiO<sub>2</sub> nanotüplerin EDS analizi sonucunda, fonksiyonlaştırılmış TiO<sub>2</sub> nanotüp numunesinin farklı bölgelerinden dört EDS görüntüsü elde edildi ve her bir elementin ortalama ağırlık yüzdesi 4'e bölünerek hesaplandı. Titanyum (Ti) ve Oksijen (O)'in en yüksek ağırlık yüzdesine sahip olduğu belirlendi. Numunede düşük miktarda Karbon (C) ve Silisyum (Si) yüzdeleri de tespit edildi (Şekil 5).

TiO<sub>2</sub> nanotüplerin metakrilik asit ile fonksiyonlaştırma işleminden sonra yüzey morfolojilerinin SEM görüntülerinde; merkezinde içi boş oyuk bulunan, uzun silindirik şekilli, uzamış tübüler yapıların sayısının arttığı ve ağ yapısının belirginleştiği görüldü. 4 farklı noktadan yapılan ölçümlerde, tübüler yapıların çapları 41,09-72,49 nm arasında ölçüldü (Resim 20).



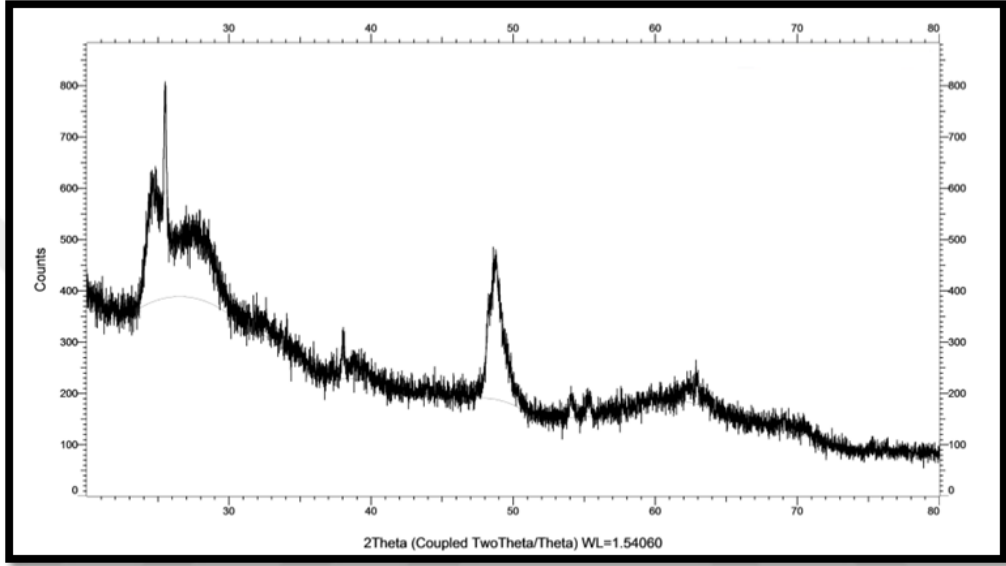
Şekil 5. Fonksiyonlaştırılmış TiO<sub>2</sub> nanotübe ait örneğin EDS sonucunun görüntüsü.



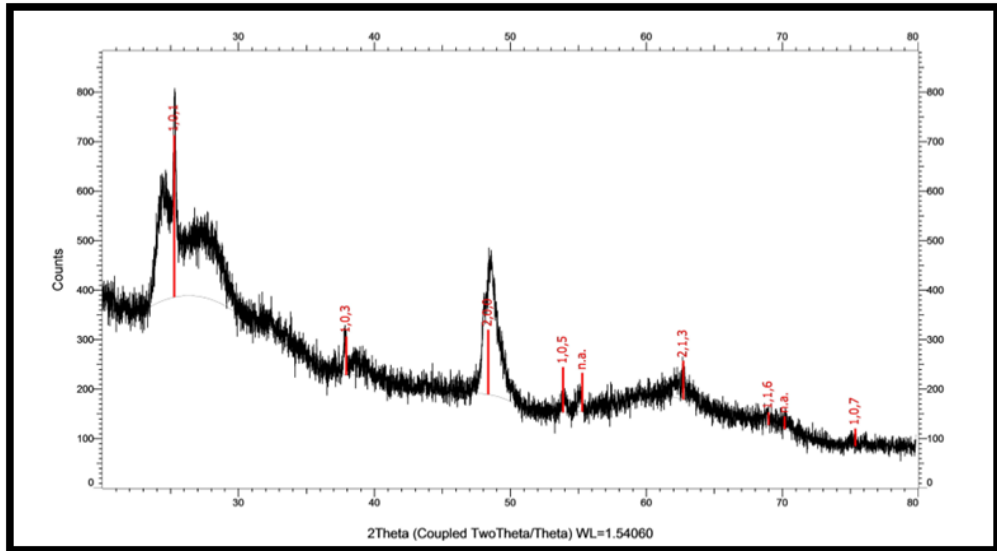
**Resim 20.** Fonksiyonlaştırılmış TiO<sub>2</sub> nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 20.000 büyütme b)X 50.000 büyütme c) X 100.000 büyütme.

### 4.3.2. X-Işını Kırınım Difraktometresi'ne Ait Bulgular

Fonksiyonlaştırılmış  $\text{TiO}_2$  nanotüplerin XRD testi iki kez tekrarlandı. Her iki test sonucunda da aynı kırınım zirveleri gözlemlendi.  $37.6^\circ$ ,  $47.8^\circ$ ,  $53.7^\circ$  ve  $55.3^\circ$  'de diğer tepe noktalarına ek olarak,  $25.1^\circ$ 'de belirgin bir kırınım tepe noktası gözlemlendi. Bu kırınım zirvelerinin,  $\text{TiO}_2$ 'nin anataz kristal fazını ve tetragonal formunu ve  $31.9^\circ$ 'deki pik'in ise, sodyum titanatı ( $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ ) temsil ettiği belirlendi (Şekil 6-7).



Şekil 6. Fonksiyonlaştırılmış  $\text{TiO}_2$  nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin birinci XRD görüntüsü.

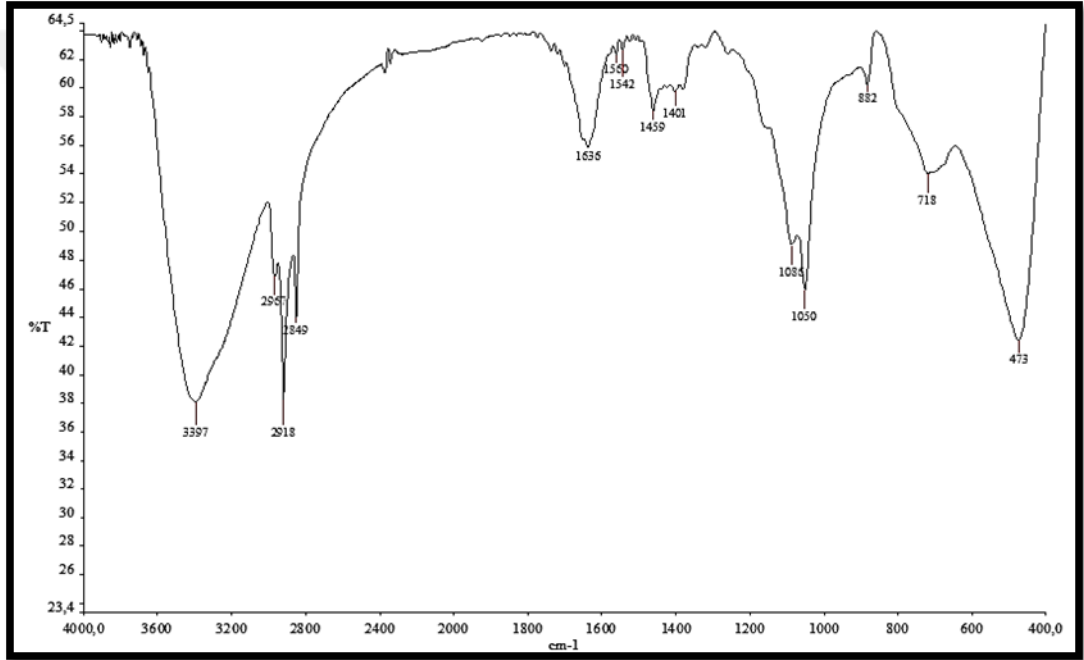


Şekil 7. Fonksiyonlaştırılmış  $\text{TiO}_2$  nanotübe ait örneğin yüzey morfolojisinin ikinci XRD görüntüsü.



### 4.3.3. Fourier Dönüştümlü Kızılötesi Spektroskopisi'ne Ait Bulgular

Fonksiyonlaştırılmış  $\text{TiO}_2$  nanotüplerine ait FTIR spektrumunda, 1542, 1459 ve 1401  $\text{cm}^{-1}$  dalga boylarında titanyum ile metakrilik asitin ( $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_2$ ) karboksilik grubu arasında güçlü pikler gözlemlendi. Metakrilik asit ile  $\text{TiO}_2$  arasındaki bağlanmadan kaynaklı  $\text{C}=\text{C}$  vinil bandlarının varlığı, 1636  $\text{cm}^{-1}$  dalga boyundaki bandları oluşturdu. Absorplanan sudan kaynaklanan O-H bandları, 3397  $\text{cm}^{-1}$  dalga boyundaki bandları; C-C ve C=C gerilme titreşimleri, 1050  $\text{cm}^{-1}$  dalga boyunda gözlenen bandları oluşturdu. FTIR spektrumu, metakrilik asidin  $\text{TiO}_2$  nanotüplere başarılı bir şekilde bağlandığını gösterdi (Şekil 8).

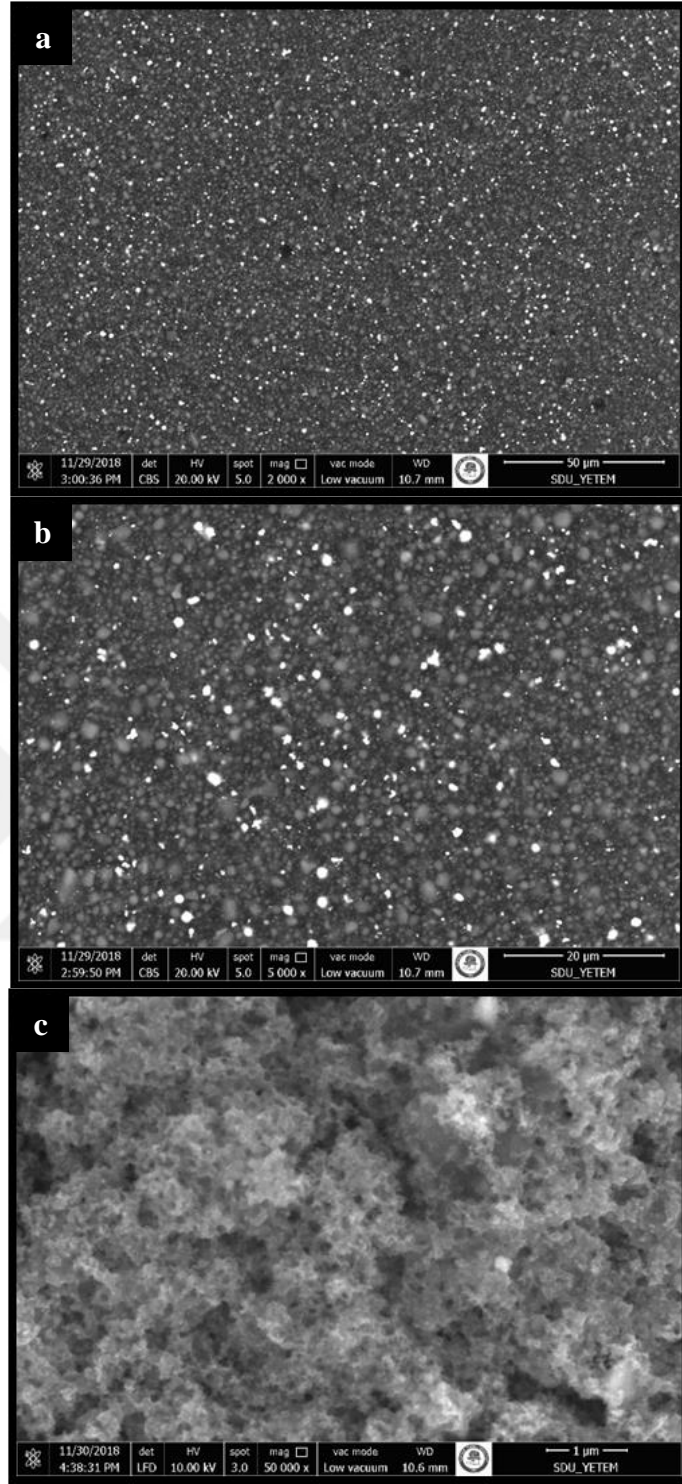


Şekil 8. Fonksiyonlaştırılmış  $\text{TiO}_2$  nanotübe ait örneğin FTIR spektrumu.

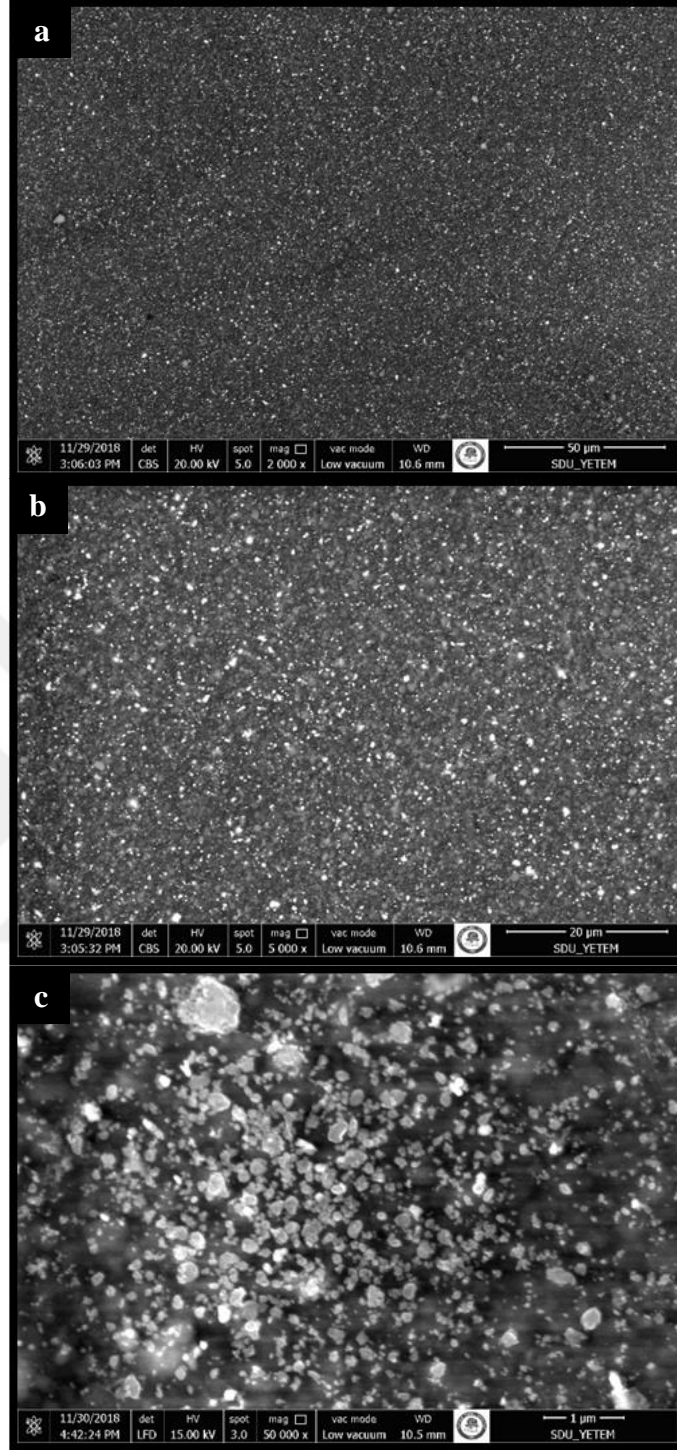
### 4.4. Çalışmada Kullanılan Kompozit Reznlere Ait Yüzey Bulguları

Çalışmada kullanılan 5 farklı kompozit rezinin X 2.000, X 5.000 ve X 50.000 büyütmedeki görüntülerinde, tüm kompozit rezinlerin doldurucu partiküllerinin rezin matrisi içerisinde homojen bir dağılım gösterdiği belirlendi. Filtek Bulk Fill Flow, Venus ve X-tra Base kompozit rezinlerinin inorganik doldurucu partikül şeklinin sferik yapıda olduğu gözlemlendi. SDR kompozit rezinin inorganik doldurucu partikül boyutunun ve şeklinin tetragonal yapıya benzer bir yapıda olduğu ve diğer 4 farklı kompozit rezine göre daha büyük olduğu gözlemlendi (Resim 21-25).

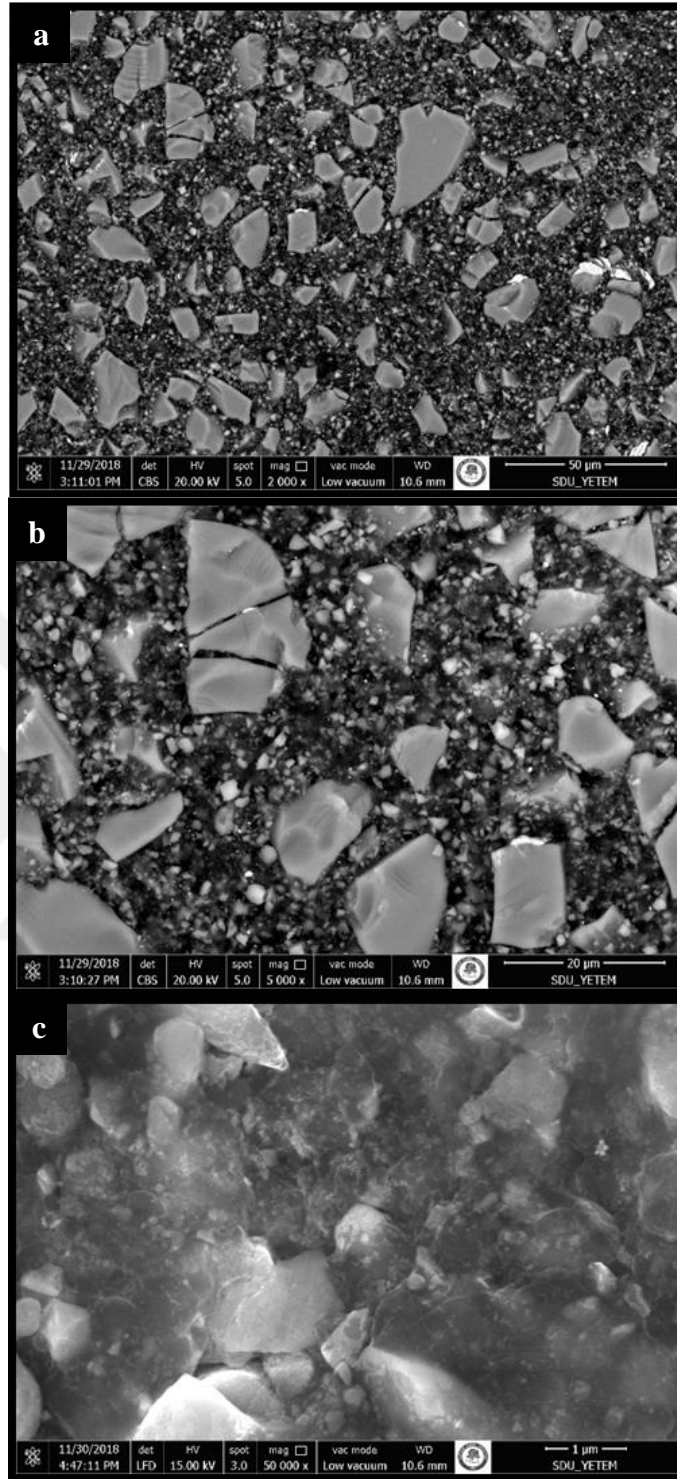




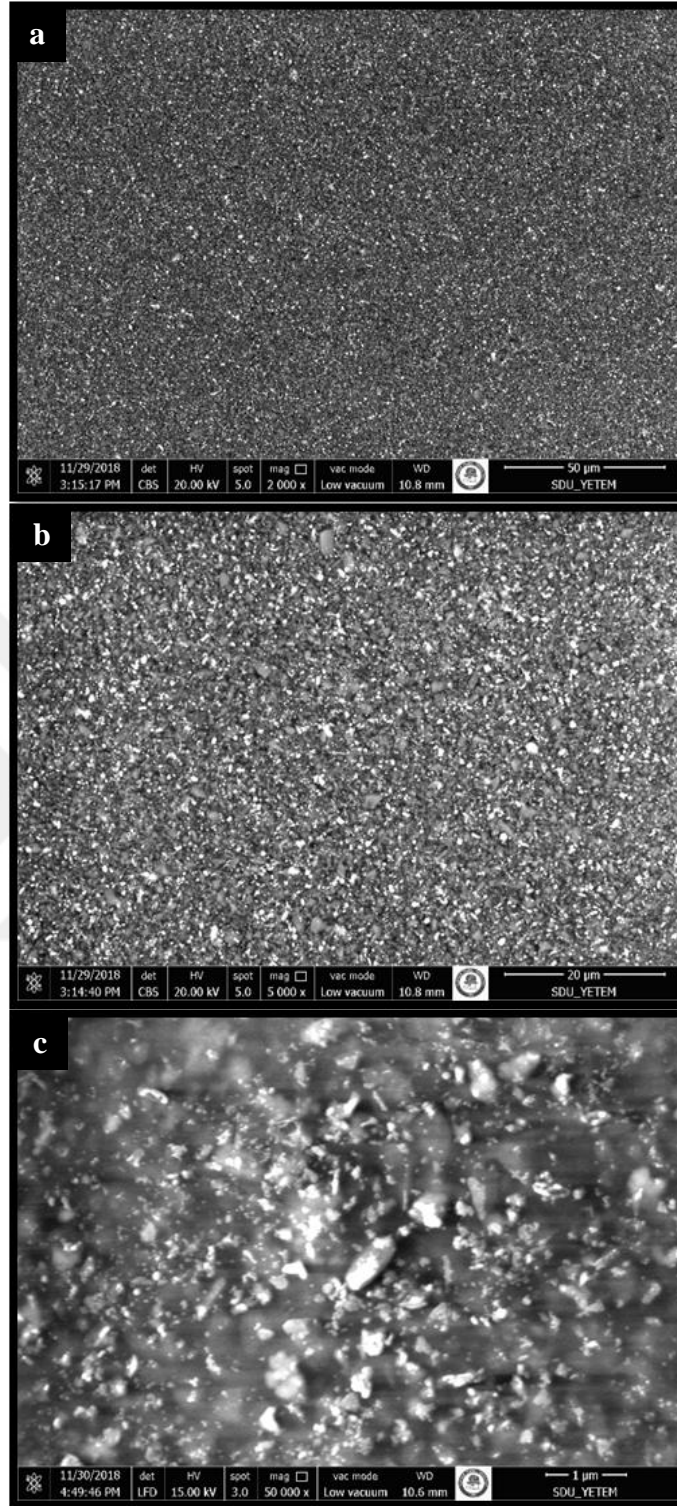
**Resim 21.** 3M Filtek Ultimate Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 2.000 büyütme b)X 5.000 büyütme c)X 50.000 büyütme.



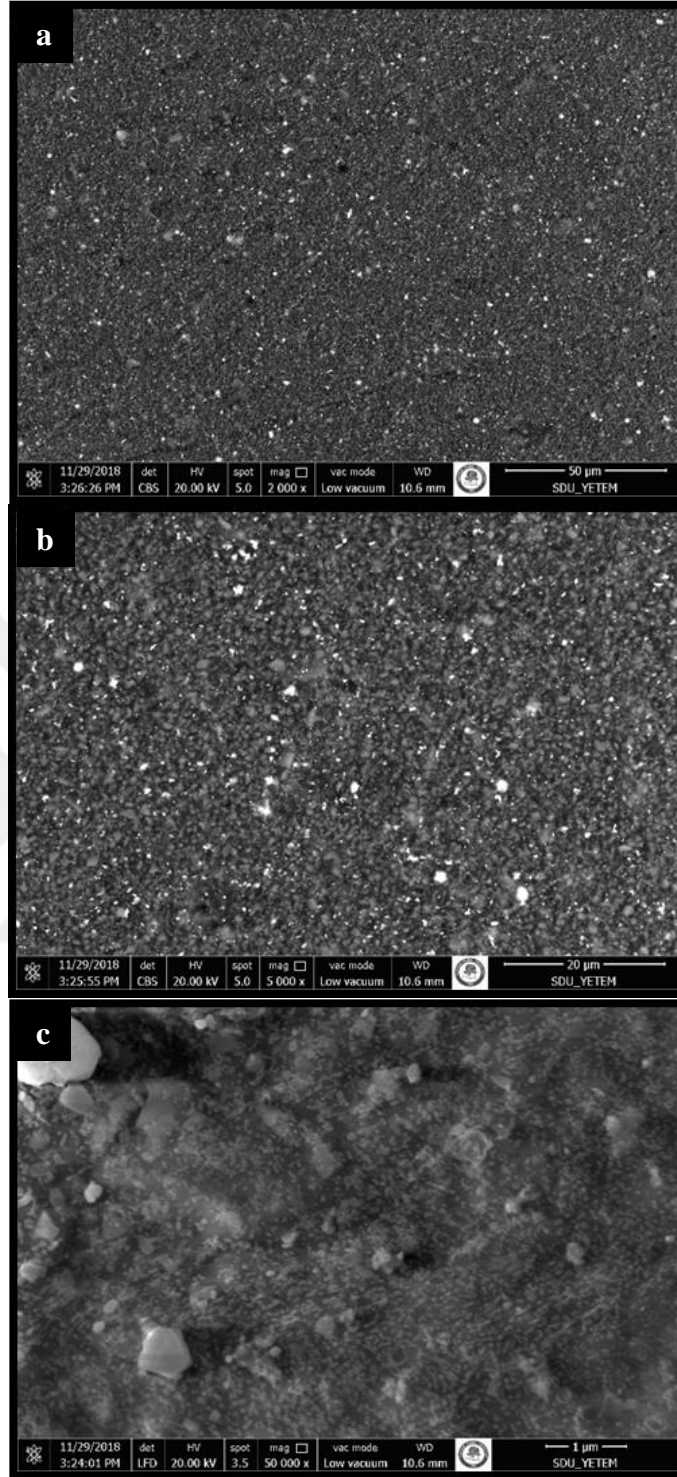
**Resim 22.** 3M Filtek Ultimate Bulk Fill Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 2.000 büyütme b)X 5.000 büyütme c)X 50.000 büyütme.



**Resim 23.** Dentsply Surefil SDR Flowable materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 2.000 büyütme b)X 5.000 büyütme c)X 50.000 büyütme.



**Resim 24.** Venus Bulk Fill Flowable materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 2.000 büyütme b)X 5.000 büyütme c)X 50.000 büyütme.

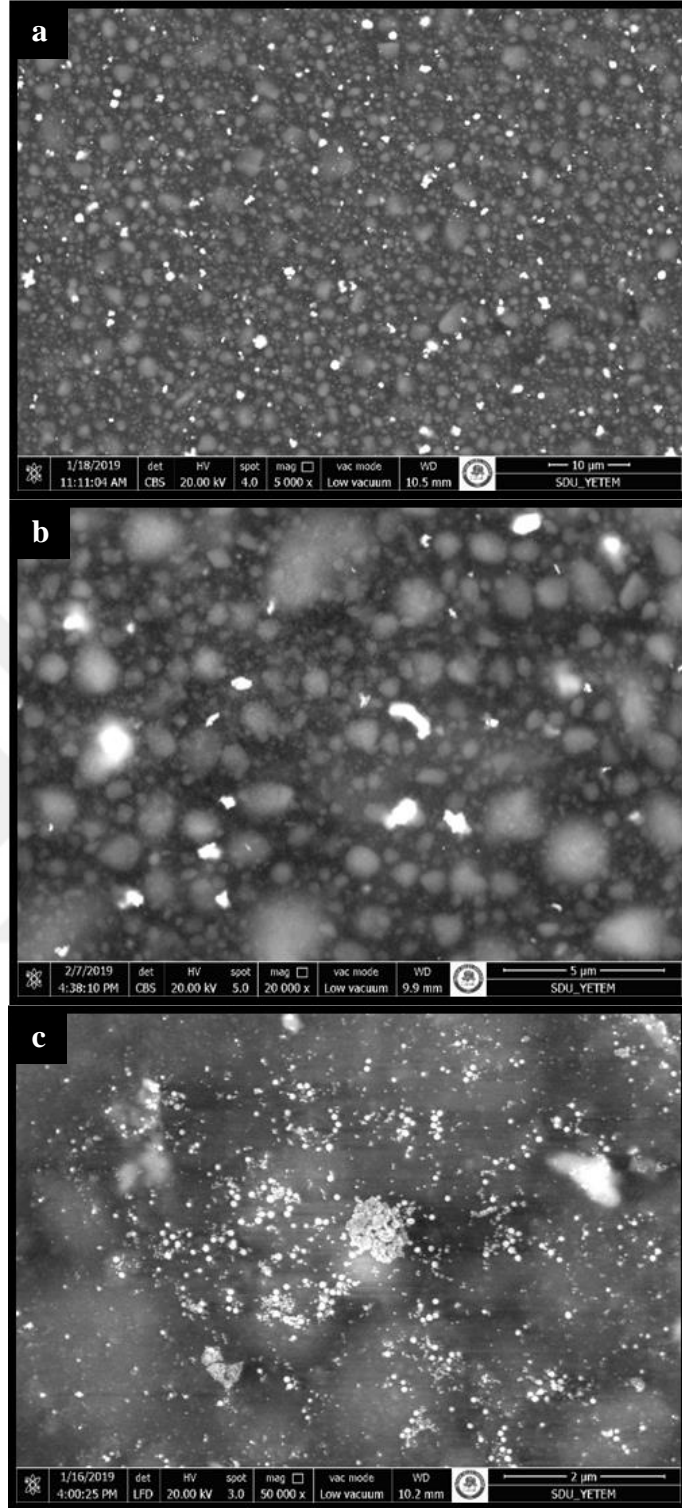


**Resim 25.** Voco X-tra Base Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 2.000 büyütme b)X 5.000 büyütme c)X 50.000 büyütme.

#### **4.5. Fonksiyonlaştırılmış %1 Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüplerin Kompozit Rezinlere İlave Edilmesinden Sonraki Materyallere Ait Yüzey Bulguları**

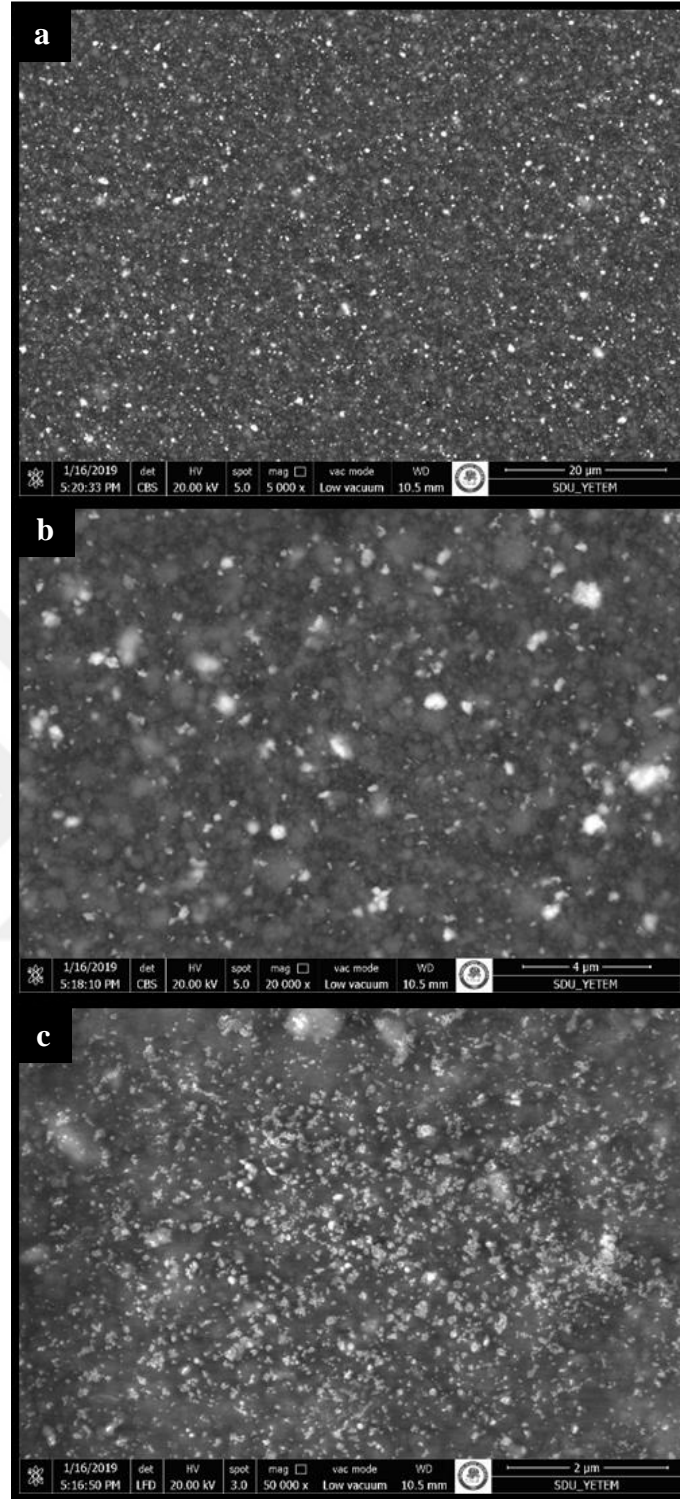
Çalışmada kullanılan 5 farklı kompozit rezinin X 5.000, X 20.000 ve X 50.000 büyütme ölçeklerinde SEM görüntüleri alınarak, yüzey görüntüleri incelendi. Elde edilen görüntülere göre %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp içeren kompozit rezinler arasında yüzey özellikleri açısından belirgin bir farklılık gözlenmedi. Ek olarak nanopartiküllerin bir araya gelme eğilimlerinden dolayı görülmesi muhtemel olan nanopartikül kümelenmelerine rastlanmadı (Resim 26-30).





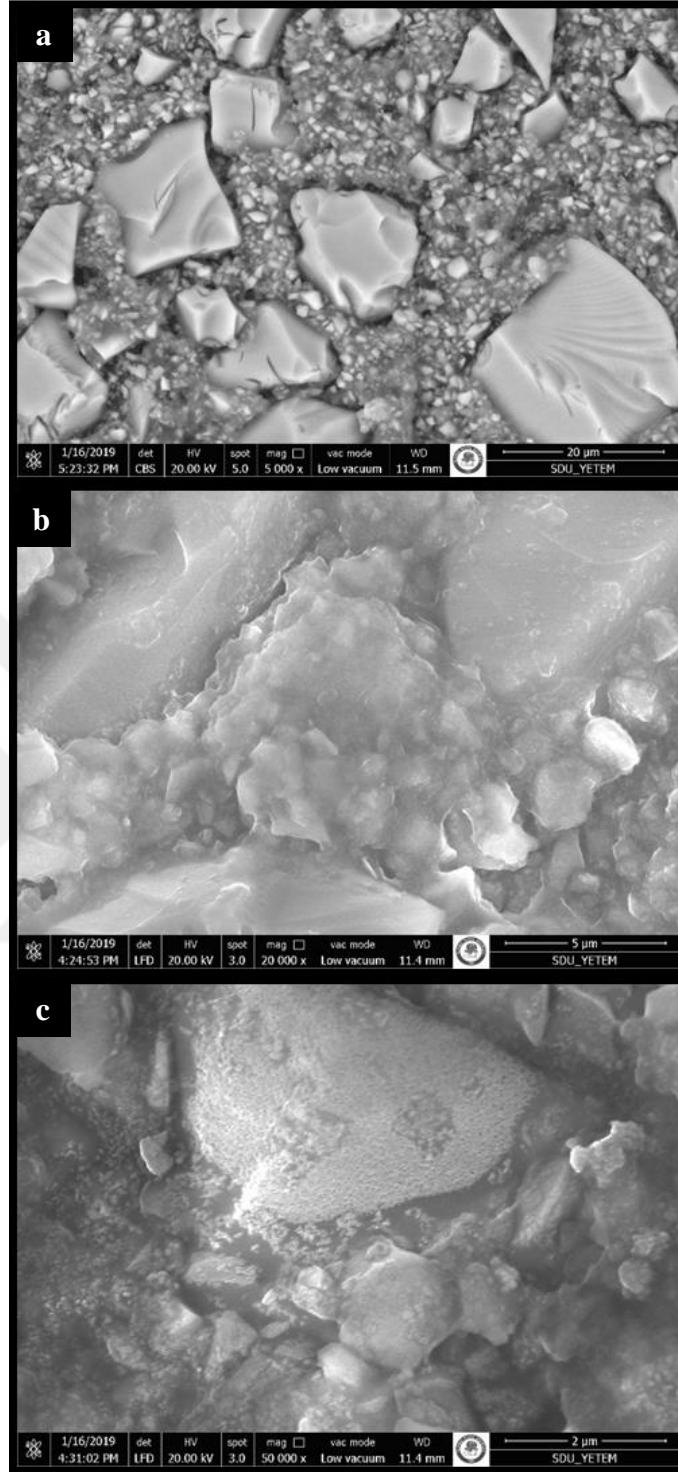
**Resim 26.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Ultimate Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 5.000 büyütme b)X 20.000 büyütme c)X 50.000 büyütme.



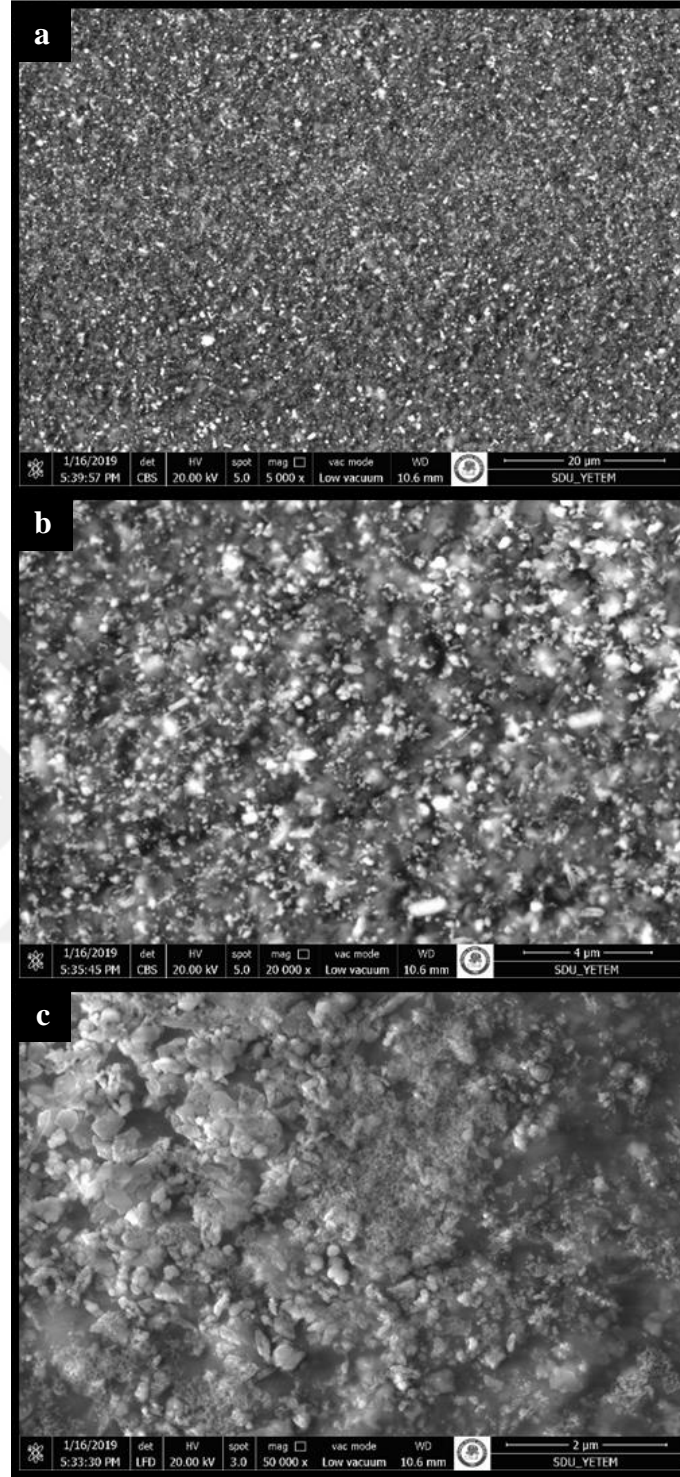


**Resim 27.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Ultimate Bulk Fill Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 5.000 büyütme b)X 20.000 büyütme c)X 50.000 büyütme.

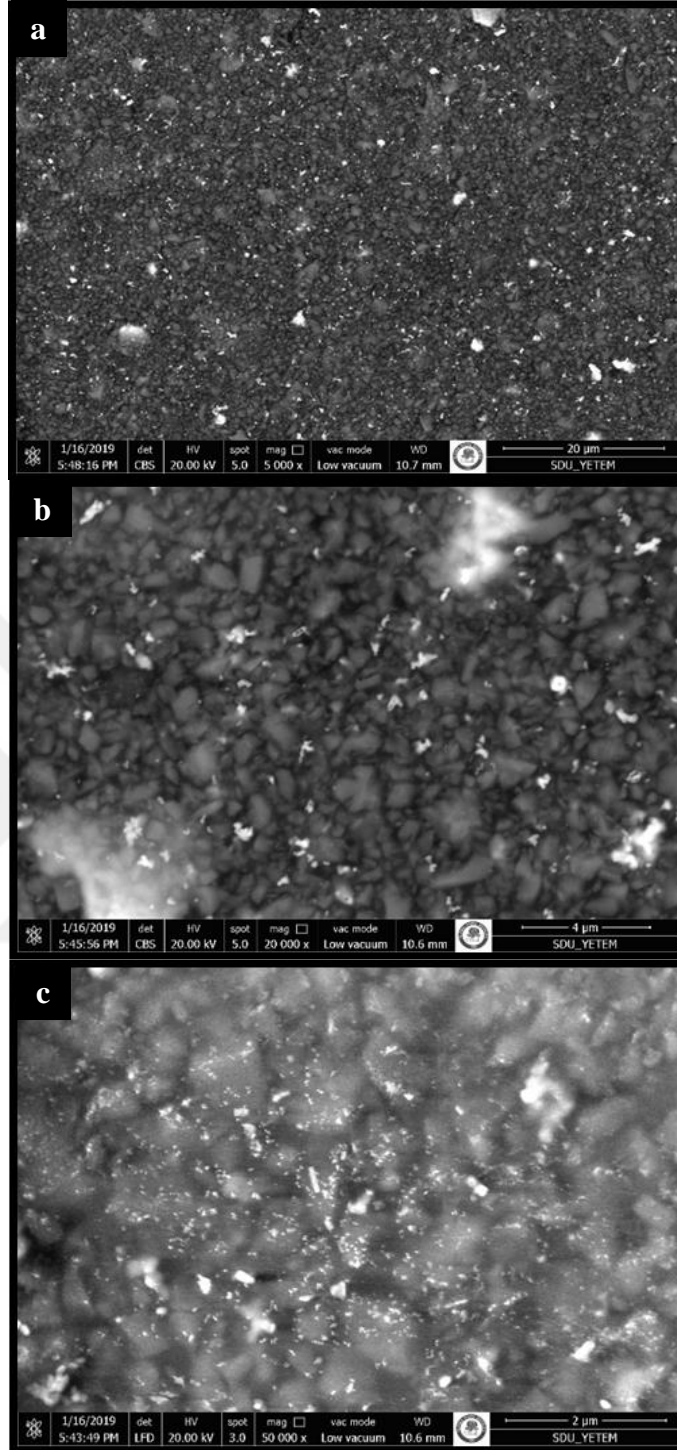




**Resim 28.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Dentsply Surefil SDR Flowable materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 5.000 büyütme b)X 20.000 büyütme c)X 50.000 büyütme.



**Resim 29.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus Bulk Fill Flowable materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 5.000 büyütme b)X 20.000 büyütme c)X 50.000 büyütme.



**Resim 30.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Voco X-tra Base Flow materyaline ait yüzey morfolojisinin SEM görüntüleri a)X 5.000 büyütme b)X 20.000 büyütme c)X 50.000 büyütme.

#### 4.6. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavessiz Her Bir Kompozit Rezinin Zamana Bağlı Su Emilimi Deęerlerinin Deęişimleri

3M Filtek Ultimate Flowable akışkan kompozit rezinde, zamana bağli su emilimi deęerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlendi (p <0.05). 1. günde ki su emilimi deęeri, 7. ve 14. günlerde ki su emilimi deęerlerinden anlamlı derecede yüksek bulundu (p <0.05) (Tablo 5).

**Tablo 5.** 3M Filtek Ultimate Flowable kompozit rezininin zamana bağli su emilimi deęerlerinin deęişimi

	3M FILTEK ULTIMATE FLOWABLE					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Su emilimi 1. gün	15	15 x10 <sup>-7</sup> a	10 x10 <sup>-7</sup>	3 x10 <sup>-7</sup>	42 x10 <sup>-7</sup>	0.001
Su emilimi 7. gün	15	4 x10 <sup>-7</sup> b	5 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	15 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 14. gün	15	6 x10 <sup>-7</sup> b	6 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	22 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 21. gün	15	6 x10 <sup>-7</sup> ab	4 x10 <sup>-7</sup>	0	15 x10 <sup>-7</sup>	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir (p<0.05).

3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininde, zamana bağli su emilimi deęerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi (p>0.05) (Tablo 6).

**Tablo 6.** 3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağli su emilimi deęerlerinin deęişimi

	3M FILTEK BULK FILL FLOWABLE					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Su emilimi 1. gün	15	7 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	-12 x10 <sup>-7</sup>	17 x10 <sup>-7</sup>	0.438
Su emilimi 7. gün	15	8 x10 <sup>-7</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	17 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 14. gün	15	6 x10 <sup>-7</sup>	9 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	22 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 21. gün	15	4 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	-8 x10 <sup>-7</sup>	25 x10 <sup>-7</sup>	

Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininde, zamana bağı su emilimi deęerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlemlendi ( $p < 0.05$ ). 1. gündeki su emilimi deęeri, 21. gündeki su emilimi deęerinden anlamlı derecede yüksek bulundu ( $p < 0.05$ ) (Tablo 7).

**Tablo 7.** Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininin zamana bağı su emilimi deęerlerinin deęiřimi

	<b>DENTSPLY SUREFIL SDR FLOWABLE</b>					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Su emilimi 1. gün	15	$14 \times 10^{-7}^a$	$14 \times 10^{-7}$	$-15 \times 10^{-7}$	$50 \times 10^{-7}$	0.007
Su emilimi 7. gün	15	$9 \times 10^{-7}^{ab}$	$7 \times 10^{-7}$	$-5 \times 10^{-7}$	$22 \times 10^{-7}$	
Su emilimi 14. gün	15	$6 \times 10^{-7}^{ab}$	$7 \times 10^{-7}$	$-3 \times 10^{-7}$	$17 \times 10^{-7}$	
Su emilimi 21. gün	15	$-1 \times 10^{-7}^b$	$25 \times 10^{-7}$	$-90 \times 10^{-7}$	$15 \times 10^{-7}$	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir ( $p < 0.05$ ).

Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininde, zamana bağı su emilimi deęerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi ( $p > 0.05$ ) (Tablo 8).

**Tablo 8.** Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağı su emilimi deęerlerinin deęiřimi

	<b>VENUS BULK FILL FLOWABLE</b>					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Su emilimi 1. gün	15	$-27 \times 10^{-7}$	$675 \times 10^{-7}$	$-1570 \times 10^{-7}$	$1087 \times 10^{-7}$	0.519
Su emilimi 7. gün	15	$65 \times 10^{-7}$	$513 \times 10^{-7}$	$-1244 \times 10^{-7}$	$1080 \times 10^{-7}$	
Su emilimi 14. gün	15	$9 \times 10^{-7}$	$10 \times 10^{-7}$	$-12 \times 10^{-7}$	$32 \times 10^{-7}$	
Su emilimi 21. gün	15	$5 \times 10^{-7}$	$4 \times 10^{-7}$	$-3 \times 10^{-7}$	$12 \times 10^{-7}$	

Voco X-tra Base Flow kompozit rezininde, zamana bağlı su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi ( $p > 0.05$ ) (Tablo 9).

**Tablo 9.** Voco X-tra Base Flow kompozit rezininin zamana bağlı su emiliminin değişimi

	VOCO X-TRA BASE FLOW					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Su emilimi 1. gün	15	$11 \times 10^{-7}$	$8 \times 10^{-7}$	$-10 \times 10^{-7}$	$22 \times 10^{-7}$	0.157
Su emilimi 7. gün	15	$4 \times 10^{-7}$	$8 \times 10^{-7}$	$-10 \times 10^{-7}$	$22 \times 10^{-7}$	
Su emilimi 14. gün	15	$2 \times 10^{-7}$	$12 \times 10^{-7}$	$-20 \times 10^{-7}$	$17 \times 10^{-7}$	
Su emilimi 21. gün	15	$8 \times 10^{-7}$	$6 \times 10^{-7}$	0	$20 \times 10^{-7}$	

#### 4.7. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İavesiz Her Bir Kompozit Resinin Zamana Bağlı Suda Çözünürlük Değerlerinin Değişimleri

3M Filtek Ultimate Flowable akışkan kompozit rezinde, zamana bağlı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlemlendi ( $p < 0,05$ ). 1. gündeki suda çözünürlük değeri, 7. ve 14. günlerdeki suda çözünürlük değerlerinden anlamlı derecede düşük bulunurken; 7. gündeki suda çözünürlük değeri, 21. gündeki suda çözünürlük değerinden düşük bulundu ( $p < 0.05$ ) (Tablo 10).

**Tablo 10.** 3M Filtek Ultimate Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi

	3M FILTEK ULTIMATE FLOWABLE					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Suda çözünürlük 1. gün	15	$-54 \times 10^{-7} \text{ ac}$	$95 \times 10^{-7}$	$-358 \times 10^{-7}$	$-8 \times 10^{-7}$	0.000
Suda çözünürlük 7. gün	15	$-73 \times 10^{-7} \text{ c}$	$93 \times 10^{-7}$	$-378 \times 10^{-7}$	$-17 \times 10^{-7}$	
Suda çözünürlük 14. gün	15	$-84 \times 10^{-7} \text{ bc}$	$92 \times 10^{-7}$	$-383 \times 10^{-7}$	$-37 \times 10^{-7}$	
Suda çözünürlük 21. gün	15	$-88 \times 10^{-7} \text{ b}$	$91 \times 10^{-7}$	$-383 \times 10^{-7}$	$-40 \times 10^{-7}$	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir ( $p < 0.05$ ).

3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininde, zamana bağılı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlemlendi ( $p < 0.05$ ). 1. günde suda çözünürlük değeri, 14. ve 21. günlerdeki suda çözünürlük değerlerinden anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ). 7. günde suda çözünürlük değeri; 21. günde suda çözünürlük değerinden düşük bulunurken, 14. günde suda çözünürlük değerinden yüksek bulundu ( $p < 0.05$ ) (Tablo 11).

**Tablo 11.** 3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağılı suda çözünürlük değerlerinin değişimi

	3M FİLTEK BULK FİLL FLOWABLE					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Suda çözünürlük 1. gün	15	$-21 \times 10^{-7}^a$	$86 \times 10^{-7}$	$-219 \times 10^{-7}$	$226 \times 10^{-7}$	0.000
Suda çözünürlük 7. gün	15	$-40 \times 10^{-7}^a$	$56 \times 10^{-7}$	$-229 \times 10^{-7}$	$5 \times 10^{-7}$	
Suda çözünürlük 14. gün	15	$-35 \times 10^{-7}^b$	$24 \times 10^{-7}$	$-82 \times 10^{-7}$	$5 \times 10^{-7}$	
Suda çözünürlük 21. gün	15	$-70 \times 10^{-7}^b$	$76 \times 10^{-7}$	$-259 \times 10^{-7}$	$-10 \times 10^{-7}$	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir ( $p < 0.05$ ).

Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininde, zamana bağılı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlemlendi ( $p < 0.05$ ). 1. günde suda çözünürlük değeri, 14. ve 21. günlerdeki suda çözünürlük değerlerinden anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ). 7. günde suda çözünürlük değeri, 14. ve 21. günlerdeki suda çözünürlük değerlerinden düşük bulundu ( $p < 0.05$ ) (Tablo 12).

**Tablo 12.** Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi

	DENTSPLY SUREFIL SDR FLOWABLE					Fridman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Suda çözünürlük 1. gün	15	-22 x10 <sup>-7</sup> a	16 x10 <sup>-7</sup>	-52 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	0.000
Suda çözünürlük 7. gün	15	-31 x10 <sup>-7</sup> a	12 x10 <sup>-7</sup>	-65 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 14. gün	15	-46 x10 <sup>-7</sup> b	13 x10 <sup>-7</sup>	-85 x10 <sup>-7</sup>	-27 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 1. gün	15	-51 x10 <sup>-7</sup> b	15 x10 <sup>-7</sup>	-90 x10 <sup>-7</sup>	-35 x10 <sup>-7</sup>	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir (p<0.05).

Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininde, zamana bağlı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlemlendi (p <0.05). 1. gündeki suda çözünürlük değeri, 14. ve 21. günlerdeki suda çözünürlük değerlerinden anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). 7. gündeki suda çözünürlük değeri, 21. gündeki suda çözünürlük değerinden anlamlı derecede yüksek bulundu (p <0.05) (Tablo 13).

**Tablo 13.** Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi

	VENUS BULK FILL FLOWABLE					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Suda çözünürlük 1. gün	15	-50 x10 <sup>-7</sup> a	602 x10 <sup>-7</sup>	-1600 x10 <sup>-7</sup>	1035 x10 <sup>-7</sup>	0.000
Suda çözünürlük 7. gün	15	-662 x10 <sup>-7</sup> ac	2383 x10 <sup>-7</sup>	-9000 x10 <sup>-7</sup>	1020 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 14. gün	15	-68 x10 <sup>-7</sup> bc	598 x10 <sup>-7</sup>	-1600 x10 <sup>-7</sup>	1020 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 21. gün	15	-77 x10 <sup>-7</sup> b	594 x10 <sup>-7</sup>	-1595 x10 <sup>-7</sup>	1000 x10 <sup>-7</sup>	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir (p<0.05).

Voco X-tra Base Flow kompozit rezininde, zamana bağlı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlemlendi (p <0.05). 1.



gündeki suda çözünürlük değeri, 7., 14. ve 21. günlerdeki suda çözünürlük değerlerinden anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ) (Tablo 14).

**Tablo 14.** Voco X-tra Base Flow kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi

	VOCO X-TRA BASE FLOW					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Suda çözünürlük 1. gün	15	$-10 \times 10^{-7}^a$	$12 \times 10^{-7}$	$-30 \times 10^{-7}$	$20 \times 10^{-7}$	0.000
Suda çözünürlük 7. gün	15	$-36 \times 10^{-7}^b$	$64 \times 10^{-7}$	$-261 \times 10^{-7}$	0	
Suda çözünürlük 14. gün	15	$-38 \times 10^{-7}^b$	$59 \times 10^{-7}$	$-249 \times 10^{-7}$	$-3 \times 10^{-7}$	
Suda çözünürlük 21. gün	15	$-42 \times 10^{-7}^b$	$59 \times 10^{-7}$	$-251 \times 10^{-7}$	$-8 \times 10^{-7}$	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir ( $p < 0.05$ ).

#### 4.8. %1 Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlaveli Her Bir Kompozit Resinin Zamana Bağlı Su Emilimi Değerlerinin Değişimleri

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Ultimate Flowable kompozit rezininde, zamana bağlı su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi ( $p > 0.05$ ) (Tablo 15).

**Tablo 15.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Ultimate Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi

	3M FILTEK ULTIMATE FLOWABLE					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Su emilimi 1. gün	15	$1 \times 10^{-7}$	$3 \times 10^{-7}$	$-3 \times 10^{-7}$	$8 \times 10^{-7}$	0.096
Su emilimi 7. gün	15	$2 \times 10^{-7}$	$3 \times 10^{-7}$	$-5 \times 10^{-7}$	$8 \times 10^{-7}$	
Su emilimi 14. gün	15	$3 \times 10^{-7}$	$4 \times 10^{-7}$	$-8 \times 10^{-7}$	$8 \times 10^{-7}$	
Su emilimi 21. gün	15	$2 \times 10^{-7}$	$3 \times 10^{-7}$	$-5 \times 10^{-7}$	$8 \times 10^{-7}$	

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininde, zamana bağlı su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi (p >0.05) (Tablo 16).

**Tablo 16.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi

	3M FILTEK BULK FILL FLOWABLE					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Su emilimi 1. gün	15	3 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	0.597
Su emilimi 7. gün	15	2 x10 <sup>-7</sup>	3 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 14. gün	15	2 x10 <sup>-7</sup>	2 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 21. gün	15	2 x10 <sup>-7</sup>	3 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininde, zamana bağlı su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi (p >0.05) (Tablo 17).

**Tablo 17.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi

	DENTSPLY SUREFIL SDR FLOWABLE					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Su emilimi 1. gün	15	2 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	0.364
Su emilimi 7. gün	15	3 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 14. gün	15	4 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	17 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 21. gün	15	2 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininde, zamana bağlı su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi (p >0.05) (Tablo 18).

**Tablo 18.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi

	VENUS BULK FILL FLOWABLE					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Su emilimi 1. gün	15	4 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	0	12 x10 <sup>-7</sup>	0.535
Su emilimi 7. gün	15	6 x10 <sup>-7</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	17 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 14. gün	15	7 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	0	15 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 21. gün	15	6 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	15 x10 <sup>-7</sup>	

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Voco X-tra Base Flow kompozit rezininde, zamana bağlı su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi (p >0.05) (Tablo 19).

**Tablo 19.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Voco X-tra Base Flow kompozit rezininin zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimi

	VOCO X-TRA BASE FLOW					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Su emilimi 1. gün	15	2 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	0.108
Su emilimi 7. gün	15	0	4 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 14. gün	15	2 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	
Su emilimi 21. gün	15	3 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	

#### 4.9. %1 Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlaveli Her Bir Kompozit Resinin Zamana Bağlı Suda Çözünürlük Değerlerinin Değişimleri

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Ultimate Flowable dolgu materyalinde, zamana bağlı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi (p >0.05) (Tablo 20).

**Tablo 20.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Ultimate Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi

	<b>3M FILTEK ULTIMATE FLOWABLE</b>					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Suda çözünürlük 1. gün	15	-3 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	3 x10 <sup>-7</sup>	0.071
Suda çözünürlük 7. gün	15	-1 x10 <sup>-7</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	-17 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 14. gün	15	-6 x10 <sup>-7</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-17 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 21. gün	15	-6 x10 <sup>-7</sup>	9 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Bulk Fill Flowable dolgu materyalinde, zamana bağlı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi (p >0.05) (Tablo 21).

**Tablo 21.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli 3M Filtek Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi

	<b>3M FİLTEK BULK FİLL FLOWABLE</b>					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Suda çözünürlük 1. gün	15	-2 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	0.324
Suda çözünürlük 7. gün	15	-1 x10 <sup>-7</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	-12 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 14. gün	15	-2 x10 <sup>-7</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 21. gün	15	-3 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Dentsply Surefil SDR Flowable dolgu materyalinde, zamana bağlı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlemlendi (p <0.05). 1. gündeki suda çözünürlük değeri, 7. ve 14. günlerdeki suda çözünürlük değerlerinden anlamlı derecede düşük bulundu (Tablo 22).

**Tablo 22.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Dentsply Surefil SDR Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi

	<b>DENTSPLY SUREFIL SDR FLOWABLE</b>					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Suda çözünürlük 1. gün	15	-1 x10 <sup>-7</sup> a	7 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	15 x10 <sup>-7</sup>	0.002
Suda çözünürlük 7. gün	15	-6 x10 <sup>-7</sup> b	7 x10 <sup>-7</sup>	-15 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 14. gün	15	-5 x10 <sup>-7</sup> b	6 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	3 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 21. gün	15	-6 x10 <sup>-7</sup> ab	7 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	0	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir (p<0.05).

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus Bulk Fill Flowable dolgu materyalinde, zamana bağlı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlemlendi (p <0.05). 1. günde suda çözünürlük değeri, 7. ve 14. günlerdeki suda çözünürlük değerlerinden anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05) (Tablo 23).

**Tablo 23.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus Bulk Fill Flowable kompozit rezininin zamana bağlı suda çözünürlük değerlerinin değişimi

	<b>VENUS BULK FILL FLOWABLE</b>					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Suda çözünürlük 1. gün	15	-5 x10 <sup>-7</sup> a	6 x10 <sup>-7</sup>	-12 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	0.003
Suda çözünürlük 7. gün	15	-12 x10 <sup>-7</sup> b	7 x10 <sup>-7</sup>	-25 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 14. gün	15	-11 x10 <sup>-7</sup> b	8 x10 <sup>-7</sup>	-30 x10 <sup>-7</sup>	0	
Suda çözünürlük 21. gün	15	-13 x10 <sup>-7</sup> ab	8 x10 <sup>-7</sup>	-27 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir (p<0.05).

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Voco X-tra Base Flow dolgu materyalinde, zamana bağılı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi (p >0.05) (Tablo 24).

**Tablo 24.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Voco X-tra Base Flow kompozit rezininin zamana bağılı suda çözünürlük değerlerinin değişimi

	VOCO X-TRA BASE FLOW					Friedman Test
	n	Mean	SS	Min	Max	p
Suda çözünürlük 1. gün	15	-5 x10 <sup>-7</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	0.961
Suda çözünürlük 7. gün	15	-4 x10 <sup>-7</sup>	9 x10 <sup>-7</sup>	-22 x10 <sup>-7</sup>	15 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 14. gün	15	-6 x10 <sup>-7</sup>	9 x10 <sup>-7</sup>	-22 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	
Suda çözünürlük 21. gün	15	-7 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	

#### 4.10. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz Tüm Kompozit Rezinlerin Her Bir Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması

TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz kompozit rezinlerin su emilimi değerlerinin her bir güne ait değişimleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi ( $p > 0.05$ ) (Tablo 25).

**Tablo 25.** TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz kompozit rezinlerin her bir güne ait su emilimi değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması

								Kruskal Wallis H test	
		n	Mean	SS	Min	Max	Mean Rank	p	
Su emilimi 1. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	15x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	3 x10 <sup>-7</sup>	42 x10 <sup>-7</sup>	43,60	0.420	
	Filtek Bulk Fill Flow	15	7 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	-12 x10 <sup>-7</sup>	17 x10 <sup>-7</sup>	28,80		
	SDR	15	4 x10 <sup>-7</sup>	14 x10 <sup>-7</sup>	-15 x10 <sup>-7</sup>	50 x10 <sup>-7</sup>	40,20		
	Venus	15	-27 x10 <sup>-7</sup>	675 x10 <sup>-7</sup>	-1570 x10 <sup>-7</sup>	1087 x10 <sup>-7</sup>	39,27		
	X-tra Base	15	11 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	22 x10 <sup>-7</sup>	38,13		
Su emilimi 7. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	4 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	15 x10 <sup>-7</sup>	29,20	0.080	
	Filtek Bulk Fill Flow	15	8 x10 <sup>-7</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	17 x10 <sup>-7</sup>	42,03		
	SDR	15	9 x10 <sup>-7</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	22 x10 <sup>-7</sup>	44,53		
	Venus	15	65 x10 <sup>-7</sup>	513 x10 <sup>-7</sup>	-1244 x10 <sup>-7</sup>	1080 x10 <sup>-7</sup>	44,97		
	X-tra Base	15	4 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	22 x10 <sup>-7</sup>	29,27		
Su emilimi 14. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	6 x10 <sup>-7</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	22 x10 <sup>-7</sup>	35,17	0.606	
	Filtek Bulk Fill Flow	15	6 x10 <sup>-7</sup>	9 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	22 x10 <sup>-7</sup>	39,20		
	SDR	15	6 x10 <sup>-7</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	17 x10 <sup>-7</sup>	38,03		
	Venus	15	9 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	-12 x10 <sup>-7</sup>	32 x10 <sup>-7</sup>	44,90		
	X-tra Base	15	2 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	17 x10 <sup>-7</sup>	32,70		
Su emilimi 21. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	6 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	0	15 x10 <sup>-7</sup>	41,83	0.364	
	Filtek Bulk Fill Flow	15	4 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	-8 x10 <sup>-7</sup>	25 x10 <sup>-7</sup>	31,47		
	SDR	15	-1 x10 <sup>-7</sup>	25 x10 <sup>-7</sup>	-90 x10 <sup>-7</sup>	15 x10 <sup>-7</sup>	33,73		
	Venus	15	5 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	37,33		
	X-tra Base	15	8 x10 <sup>-7</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	0	20 x10 <sup>-7</sup>	45,63		

#### 4.11. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz Tüm Kompozit Rezinlerin Her Bir Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması

TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz kompozit rezinlerin, 7., 14. ve 21. günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmekteyken ( $p < 0.05$ ); 1.gündeki suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi ( $p > 0.05$ ). 7., 14. ve 21. günlerdeki X-tra Base kompozit rezinin suda çözünürlüğü, Filtek Ultimate Flow kompozit rezinine göre anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ) (Tablo 26).

**Tablo 26.** TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz kompozit rezinlerin her bir güne ait suda çözünürlük değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması

							Kruskal Wallis H test	
		n	Mean	SS	Min	Max	Mean Rank	p
Suda Çözünürlük 1. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	-54 x10 <sup>-7</sup>	95 x10 <sup>-7</sup>	-358 x10 <sup>-7</sup>	-8 x10 <sup>-7</sup>	33,07	0.127
	Filtek Bulk Fill Flow	15	-21 x10 <sup>-7</sup>	86 x10 <sup>-7</sup>	-219 x10 <sup>-7</sup>	226 x10 <sup>-7</sup>	33,37	
	SDR	15	-22 x10 <sup>-7</sup>	16 x10 <sup>-7</sup>	-52 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	36,70	
	Venus	15	-50 x10 <sup>-7</sup>	602 x10 <sup>-7</sup>	-1600 x10 <sup>-7</sup>	1035 x10 <sup>-7</sup>	35,70	
	X-tra Base	15	-10 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	-30 x10 <sup>-7</sup>	20 x10 <sup>-7</sup>	51,17	
Suda Çözünürlük 7. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	-73 x10 <sup>-7 a</sup>	93 x10 <sup>-7</sup>	-378 x10 <sup>-7</sup>	-17 x10 <sup>-7</sup>	25,17	0.031
	Filtek Bulk Fill Flow	15	-40 x10 <sup>-7 ab</sup>	56 x10 <sup>-7</sup>	-229 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	42,27	
	SDR	15	-31 x10 <sup>-7 ab</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	-65 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	40,30	
	Venus	15	-662 x10 <sup>-7 ab</sup>	2383 x10 <sup>-7</sup>	-9000 x10 <sup>-7</sup>	1020 x10 <sup>-7</sup>	33,13	
	X-tra Base	15	-36 x10 <sup>-7 b</sup>	64 x10 <sup>-7</sup>	-261 x10 <sup>-7</sup>	0	49,13	
Suda Çözünürlük 14. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	-84 x10 <sup>-7 a</sup>	92 x10 <sup>-7</sup>	-383 x10 <sup>-7</sup>	-37 x10 <sup>-7</sup>	23,23	0.004
	Filtek Bulk Fill Flow	15	-35 x10 <sup>-7 ab</sup>	24 x10 <sup>-7</sup>	-82 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	43,83	
	SDR	15	-46 x10 <sup>-7 ab</sup>	13 x10 <sup>-7</sup>	-85 x10 <sup>-7</sup>	-27 x10 <sup>-7</sup>	34,73	
	Venus	15	-68 x10 <sup>-7 ab</sup>	598 x10 <sup>-7</sup>	-1600 x10 <sup>-7</sup>	1020 x10 <sup>-7</sup>	35,40	
	X-tra Base	15	-38 x10 <sup>-7 b</sup>	59 x10 <sup>-7</sup>	-249 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	52,80	
Suda Çözünürlük 21. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	-88 x10 <sup>-7 a</sup>	91 x10 <sup>-7</sup>	-383 x10 <sup>-7</sup>	-40 x10 <sup>-7</sup>	25,43	0.007
	Filtek Bulk Fill Flow	15	-70 x10 <sup>-7 ab</sup>	76 x10 <sup>-7</sup>	-259 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	39,17	
	SDR	15	-51 x10 <sup>-7 ab</sup>	15 x10 <sup>-7</sup>	-90 x10 <sup>-7</sup>	-35 x10 <sup>-7</sup>	35,27	
	Venus	15	-77 x10 <sup>-7 ab</sup>	594 x10 <sup>-7</sup>	-1595 x10 <sup>-7</sup>	1000 x10 <sup>-7</sup>	35,50	
	X-tra Base	15	-42 x10 <sup>-7 b</sup>	59 x10 <sup>-7</sup>	-251 x10 <sup>-7</sup>	-8 x10 <sup>-7</sup>	54,63	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir ( $p < 0.05$ ).



#### **4.12. %1 Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlaveli Tüm Kompozit Rezinlerin Her Bir Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması**

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli kompozit rezinlerin, 7. ve 21. günlerdeki su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmekteyken ( $p < 0.05$ ), 1 ve 14. günlerdeki su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmedi ( $p > 0.05$ ). 7.gündeki X-tra Base kompozit rezininin su emilimi değeri, Venus kompozit rezininin su emilimi değerine göre anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ). 21.gündeki Filtek Bulk Fill Flow ve SDR kompozit rezinlerinin su emilimi değerleri, Venus kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ) (Tablo 27).

#### **4.13. %1 Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlaveli Tüm Kompozit Rezinlerin Her Bir Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması**

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli kompozit rezinlerin, 7., 14. ve 21. günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmekteyken ( $p < 0.05$ ), 1. gündeki suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmedi ( $p > 0.05$ ). 7. gündeki Filtek Ultimate Flow ve Filtek Bulk Fill Flow kompozit rezinlerinin suda çözünürlük değerleri, Venus kompozit rezinine göre anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ). 14. ve 21. günlerdeki Filtek Bulk Fill Flow kompozit rezininin suda çözünürlük değeri, Venus kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük görüldü ( $p < 0.05$ ) (Tablo 28).

**Tablo 27.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli kompozit rezinlerin her bir güne ait su emilimi değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması

		Kruskal Wallis H test						
		<b>n</b>	<b>Mean</b>	<b>SS</b>	<b>Min</b>	<b>Max</b>	<b>Mean Rank</b>	<b>p</b>
Su emilimi 1. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	1 x10 <sup>-7</sup>	3 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	30,77	0.365
	Filtek Bulk Fill Flow	15	3 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	37,83	
	SDR	15	2 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	36,87	
	Venus	15	4 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	0	12 x10 <sup>-7</sup>	46,70	
	X-tra Base	15	2 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	37,83	
Su emilimi 7. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	2 x10 <sup>-7</sup> ab	3 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	36,07	0.046
	Filtek Bulk Fill Flow	15	2 x10 <sup>-7</sup> ab	3 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	36,90	
	SDR	15	3 x10 <sup>-7</sup> ab	4 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	38,13	
	Venus	15	6 x10 <sup>-7</sup> a	6 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	17 x10 <sup>-7</sup>	51,33	
	X-tra Base	15	0 <sup>b</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	27,57	
Su emilimi 14. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	3 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-8 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	29,20	0.080
	Filtek Bulk Fill Flow	15	2 x10 <sup>-7</sup>	2 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	42,03	
	SDR	15	4 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	17 x10 <sup>-7</sup>	44,53	
	Venus	15	7 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	0	15 x10 <sup>-7</sup>	44,97	
	X-tra Base	15	2 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	29,27	
Su emilimi 21. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	2 x10 <sup>-7</sup> ab	3 x10 <sup>-7</sup>	-5 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	35,90	0.013
	Filtek Bulk Fill Flow	15	2 x10 <sup>-7</sup> a	3 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	31,63	
	SDR	15	2 x10 <sup>-7</sup> a	4 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	29,27	
	Venus	15	6 x10 <sup>-7</sup> b	5 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	15 x10 <sup>-7</sup>	53,90	
	X-tra Base	15	3 x10 <sup>-7</sup> ab	4 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	12 x10 <sup>-7</sup>	39,30	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir (p<0.05).

**Tablo 28.** TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli kompozit rezinlerin her bir güne ait suda çözünürlük değerlerinin birbiri ile karşılaştırılması

							Kruskal Wallis H test	
		<b>n</b>	<b>Mean</b>	<b>SS</b>	<b>Min</b>	<b>Max</b>	<b>Mean Rank</b>	<b>p</b>
Suda Çözünürlük 1. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	-3 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	3 x10 <sup>-7</sup>	39,03	0.323
	Filtek Bulk Fill Flow	15	-2 x10 <sup>-7</sup>	4 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	41,97	
	SDR	15	-1 x10 <sup>-7</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	15 x10 <sup>-7</sup>	44,80	
	Venus	15	-5 x10 <sup>-7</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	-12 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	29,73	
	X-tra Base	15	-5 x10 <sup>-7</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	34,47	
Suda Çözünürlük 7. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	-1 x10 <sup>-7 a</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	-17 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	51,73	0.000
	Filtek Bulk Fill Flow	15	-1 x10 <sup>-7 a</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	-12 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	48,47	
	SDR	15	-6 x10 <sup>-7 ab</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-15 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	32,20	
	Venus	15	-12 x10 <sup>-7 b</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-25 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	18,90	
	X-tra Base	15	-4 x10 <sup>-7 ab</sup>	9 x10 <sup>-7</sup>	-22 x10 <sup>-7</sup>	15 x10 <sup>-7</sup>	38,70	
Suda Çözünürlük 14. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	-6 x10 <sup>-7 ab</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-17 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	35,10	0.036
	Filtek Bulk Fill Flow	15	-2 x10 <sup>-7 a</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	49,10	
	SDR	15	-5 x10 <sup>-7 ab</sup>	6 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	3 x10 <sup>-7</sup>	41,27	
	Venus	15	-11 x10 <sup>-7 b</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	-30 x10 <sup>-7</sup>	0	24,73	
	X-tra Base	15	-6 x10 <sup>-7 ab</sup>	9 x10 <sup>-7</sup>	-22 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	39,80	
Suda Çözünürlük 21. Gün	Filtek Ultimate Flow	15	-6 x10 <sup>-7 ab</sup>	9 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	38,17	0.039
	Filtek Bulk Fill Flow	15	-3 x10 <sup>-7 a</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	-10 x10 <sup>-7</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	48,03	
	SDR	15	-6 x10 <sup>-7 ab</sup>	7 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	0	40,27	
	Venus	15	-13 x10 <sup>-7 b</sup>	8 x10 <sup>-7</sup>	-27 x10 <sup>-7</sup>	-3 x10 <sup>-7</sup>	23,67	
	X-tra Base	15	-7 x10 <sup>-7 ab</sup>	10 x10 <sup>-7</sup>	-20 x10 <sup>-7</sup>	5 x10 <sup>-7</sup>	39,87	

\*Farklı küçük üst simge harfler sütunlarda istatistiksel olarak anlamlı farklılığı ifade etmektedir (p<0.05).

#### **4.14. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinlerin 1. Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması**

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerinin su emilimi değerleri; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ). Buna göre; TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin bu kompozitler için 1.günde su emilimini olumlu olarak etkilediği belirlendi. %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow kompozit rezininin su emilimi değeri, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus kompozit rezinine göre anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Bulk Fill Flow kompozit rezin, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow kompozit rezine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede daha az su emilimi gösterdi ( $p < 0.05$ ) (Tablo 29).

#### **4.15. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinlerin 7. Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması**

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerinin su emilimi değerleri; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow ve X-tra Base kompozit rezinlerinin su emilimi değerleri, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus kompozit rezinine göre anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow ve X-tra Base kompozit rezinleri, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz SDR kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede daha az su emilimi gösterdi ( $p < 0.05$ ) (Tablo 30).

**Tablo 29.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 1. güne ait su emilimi değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması

	<b>Materyaller</b>	<b>p</b>
<b>Su Emilimi 1.Gün</b>	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Ultimate Flow ilavesiz	0.000*
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.046*
	SDR ilaveli / SDR ilavesiz	0.000*
	Venus ilaveli / Venus ilavesiz	0.755
	X-tra Base ilaveli / X-tra Base ilavesiz	0.000*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.448
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.030*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.333
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilaveli	0.437
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.881
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.284
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / X-tra Base ilave	0.966
	SDR ilaveli / Venus ilaveli	0.226
	SDR ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.916
	Venus ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.260
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.024*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.615
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.917
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.392
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.102
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.755
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.118
	SDR ilavesiz / Venus ilavesiz	0.917
	SDR ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.722
	Venus ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.787

\* İkili karşılaştırmalar Mann-Whitney U testi ile değerlendirilmiştir.

**Tablo 30.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 7. güne ait su emilimi değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması

	<b>Materyaller</b>	<b>p</b>
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Ultimate Flow ilavesiz	0.145
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.005*
	SDR ilaveli / SDR ilavesiz	0.005*
	Venus ilaveli / Venus ilavesiz	0.235
	X-tra Base ilaveli / X-tra Base ilavesiz	0.045*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.780
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.045*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.238
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilaveli	0.914
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.846
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.052
<b>Su Emilimi</b>	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.173
<b>7.Gün</b>	SDR ilaveli / Venus ilaveli	0.076
	SDR ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.158
	Venus ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.006*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.075
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.025*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.108
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.916
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.802
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.492
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.091
	SDR ilavesiz / Venus ilavesiz	0.617
	SDR ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.035*
	Venus ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.118

\* İkili karşılaştırmalar Mann-Whitney U testi ile değerlendirilmiştir.

#### 4.16. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz ve İvelveli Tüm Kompozit Rezinlerin 14. Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow ve X-tra Base kompozit rezinleri; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede daha az su emilimi gösterdi (p <0.05) (Tablo 31).

**Tablo 31.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 14. güne ait su emilimi değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması

	<b>Materyaller</b>	<b>p</b>
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Ultimate Flow ilavesiz	0.250
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.054
	SDR ilaveli / SDR ilavesiz	0.345
	Venus ilaveli / Venus ilavesiz	0.616
	X-tra Base ilaveli / X-tra Base ilavesiz	0.478
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.949
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.039*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.296
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilaveli	0.219
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.453
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.011*
<b>Su Emilimi</b>	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.864
<b>14.Gün</b>	SDR ilaveli / Venus ilaveli	0.081
	SDR ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.361
	Venus ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.008*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.721
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.850
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.121
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.754
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.818
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.466
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.371
	SDR ilavesiz / Venus ilavesiz	0.453
	SDR ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.417
	Venus ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.196

\* İkili karşılaştırmalar Mann-Whitney U testi ile değerlendirilmiştir.

#### 4.17. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinlerin 21. Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow kompozit rezin, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük su emilimi gösterdi (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli X-tra Base kompozit rezin, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz X-tra Base kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük su emilimi gösterdi (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerinin su emilimi değerleri; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05) (Tablo 32).

**Tablo 32.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 21. güne ait su emilimi değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması

	<b>Materyaller</b>	<b>p</b>
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Ultimate Flow ilavesiz	0.007*
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.308
	SDR ilaveli / SDR ilavesiz	0.075
	Venus ilaveli / Venus ilavesiz	0.375
	X-tra Base ilaveli / X-tra Base ilavesiz	0.040*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.279
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.009*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.682
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilaveli	0.513
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.602
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.004*
<b>Su Emilimi 21.Gün</b>	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.308
	SDR ilaveli / Venus ilaveli	0.009*
	SDR ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.135
	Venus ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.046*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.166
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.266
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.525
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.475
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.785
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.379
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.116
	SDR ilavesiz / Venus ilavesiz	0.600
	SDR ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.185
	Venus ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.231

\* İkili karşılaştırmalar Mann-Whitney U testi ile değerlendirilmiştir.



#### 4.18. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz ve İvelili Tüm Kompozit Rezinlerin 1. Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow ve SDR kompozit rezinlerinin suda çözünürlük değerleri; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow ve SDR kompozit rezinlerine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow ve SDR kompozit rezinlerinin suda çözünürlük değerleri; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz X-tra Base kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek bulundu (p <0.05) (Tablo 33).

**Tablo 33.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 1. güne ait suda çözünürlük değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması

	<b>Materyaller</b>	<b>p</b>
<b>Suda Çözünürlük 1.Gün</b>	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Ultimate Flow ilavesiz	0.000*
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.001*
	SDR ilaveli / SDR ilavesiz	0.000*
	Venus ilaveli / Venus ilavesiz	0.406
	X-tra Base ilaveli / X-tra Base ilavesiz	0.066
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.399
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.163
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.570
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilaveli	0.640
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.639
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.100
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.386
	SDR ilaveli / Venus ilaveli	0.082
	SDR ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.216
	Venus ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.659
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.739
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.574
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.983
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.004*
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.517
Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.708	
Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.022*	
SDR ilavesiz / Venus ilavesiz	0.708	
SDR ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.016*	
Venus ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.506	

\* İkili karşılaştırmalar Mann-Whitney U testi ile değerlendirilmiştir.

#### **4.19. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinlerin 7. Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması**

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerinin suda çözünürlük değeri; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerinin suda çözünürlük değeri; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow kompozit rezinin suda çözünürlük değeri, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli SDR ve Venus kompozit rezinlerine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Bulk Fill Flow ve X-tra Base kompozit rezinlerinin suda çözünürlük değeri, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Bulk Fill Flow kompozit rezininin suda çözünürlük değeri, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli SDR kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05) (Tablo 34).

**Tablo 34.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 7. güne ait suda çözünürlük değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması

	<b>Materyaller</b>	<b>p</b>
<b>Suda Çözünürlük 7.Gün</b>	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Ultimate Flow ilavesiz	0.000*
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.000*
	SDR ilaveli / SDR ilavesiz	0.000*
	Venus ilaveli / Venus ilavesiz	0.350
	X-tra Base ilaveli / X-tra Base ilavesiz	0.001*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.014*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.000*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.088
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilaveli	0.642
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.025*
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.000*
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.241
	SDR ilaveli / Venus ilaveli	0.060
	SDR ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.403
	Venus ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.014*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.018*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.003*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.575
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.001*
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.632
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.443
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.339
	SDR ilavesiz / Venus ilavesiz	0.350
	SDR ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.054
	Venus ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.443

\* İkili karşılaştırmalar Mann-Whitney U testi ile değerlendirilmiştir.

#### **4.20. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinlerin 14. Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması**

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerinin suda çözünürlüğü; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Bulk Fill Flow ve SDR kompozit rezinlerinin suda çözünürlüğü, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerinin suda çözünürlüğü; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz X-tra Base kompozit rezininin suda çözünürlüğü, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz SDR kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05) (Tablo 35).

#### **4.21. Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinlerin 21. Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması**

%1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerinin suda çözünürlüğü; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base kompozit rezinlerine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Bulk Fill Flow ve SDR kompozit rezinlerinin suda çözünürlüğü; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz X-tra Base kompozit rezininin suda çözünürlüğü; %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow, Filtek Bulk Fill Flow ve SDR kompozit rezinlerine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu (p <0.05). %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz SDR kompozit rezininin suda çözünürlüğü, %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow

kompozit rezinine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu ( $p < 0.05$ ) (Tablo 36).

**Tablo 35.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 14. güne ait suda çözünürlük değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması

	<b>Materyaller</b>	<b>p</b>
<b>Suda Çözünürlük 14.Gün</b>	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Ultimate Flow ilavesiz	0.000*
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.000*
	SDR ilaveli / SDR ilavesiz	0.000*
	Venus ilaveli / Venus ilavesiz	0.350
	X-tra Base ilaveli / X-tra Base ilavesiz	0.000*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.403
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.180
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.647
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilaveli	0.063
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.266
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.004*
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.268
	SDR ilaveli / Venus ilaveli	0.017*
	SDR ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.950
	Venus ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.088
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.004*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.013*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.950
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.000*
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.140
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.534
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.177
	SDR ilavesiz / Venus ilavesiz	0.709
	SDR ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.001*
	Venus ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.493

\* İkili karşılaştırmalar Mann-Whitney U testi ile değerlendirilmiştir.

**Tablo 36.** %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli ve ilavesiz kompozit rezinlerin 21. güne ait suda çözünürlük değerlerinin hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırılması

	<b>Materyaller</b>	<b>p</b>
<b>Suda Çözünürlük 21.Gün</b>	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Ultimate Flow ilavesiz	0.000*
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.000*
	SDR ilaveli / SDR ilavesiz	0.000*
	Venus ilaveli / Venus ilavesiz	0.350
	X-tra Base ilaveli / X-tra Base ilavesiz	0.000*
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.769
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.082
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	1.000
	Filtek Ultimate Flow ilaveli / Filtek Bulk Fill Flow ilaveli	0.179
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / SDR ilaveli	0.333
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / Venus ilaveli	0.001*
	Filtek Bulk Fill Flow ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.415
	SDR ilaveli / Venus ilaveli	0.020*
	SDR ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.818
	Venus ilaveli / X-tra Base ilaveli	0.080
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz	0.062
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.037*
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.983
	Filtek Ultimate Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.000*
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / SDR ilavesiz	0.371
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / Venus ilavesiz	0.756
	Filtek Bulk Fill Flow ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.019*
	SDR ilavesiz / Venus ilavesiz	0.589
	SDR ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.001*
Venus ilavesiz / X-tra Base ilavesiz	0.493	

\* İkili karşılaştırmalar Mann-Whitney U testi ile değerlendirilmiştir.

## 5. TARTIŞMA

### 5.1. Çalışmada Kullanılan Materyallerin Seçimi

Kürkçüoğlu ve ark. Bildirdiğine göre “Nanoteknoloji” terimi ilk defa 1974 yılında Norio Taniguchi tarafından, hassas mühendislik materyallerini nanometre seviyesinde değerlendirmek amacıyla kullanılmıştır (146). Nanoteknoloji; tıbbi araçların, bilginin ve metotların genişletilmesine ve geliştirilmesine olanak sağlamaktadır. Nanoteknolojinin tıp ve diş hekimliği alanında kullanılması ile hastalıkların tedavisi ve hastalıklardan korunma yönünde başarılı sonuçlar sunulmuştur (147, 148). Günümüzde, nanoteknolojinin tıp ve diş hekimliğinde farklı hangi alanlarda kullanılabileceğine yönelik hala pek çok araştırma yapılmaktadır (13, 149, 150).

Son yıllarda nanopartiküllerin, kompozit rezin matrisi ve yüzey reaktiflikleri ile daha sıkı bağ oluşturabilmeleri, diş hekimliğinde daha çok tercih edilmelerine neden olmuştur (151). Bununla birlikte, restoratif materyallerin özelliklerini geliştirmek amacıyla polimer nano doldurucu, cam fiber, gümüş ve  $TiO_2$  nanopartiküllerin kompozit rezinlere ilave edilmesi gündeme gelmiş ve araştırmalar bu yönde ilerlemeye başlamıştır (152-155).  $TiO_2$  nanopartiküller; toksik olmayan, kimyasal olarak inert ve düşük maliyetli, çeşitli spektrumlarda antibakteriyel, korozyona direnç ve yüksek sertlik gibi özellikler göstermektedir ve bu nedenle de diş hekimliği araştırmalarında daha fazla yer almaya başlamıştır (156-158). Resin esaslı dental materyallere nanopartikül ilavesinin antibakteriyel etkinliğe ve mekanik özelliklere etkisinin in vitro olarak araştırıldığı bir çalışmada;  $TiO_2$  nanopartiküllerinin kompozit rezinlerin matrisine etkin olarak bağlandığı, karyojenik bakteriler üzerinde antibakteriyel etki gösterdiği ve kompozit rezinin mekanik dayanımı arttırdığı rapor edilmiştir (16). Cam fiber nanopartikülleri ile güçlendirilmiş kompozit rezinlerin,  $TiO_2$  nanopartikülleri ile güçlendirilmiş kompozit rezinlerle mekanik dayanımlarının karşılaştırıldığı bir çalışmada ise,  $TiO_2$  nanopartikülleri ile güçlendirilmiş kompozit rezinlerin mekanik dayanımlarının daha yüksek bulunduğu belirtilmiştir (159). Çalışmamızda da, kompozit rezin matrisine

başarıyla bağlandığı ve materyalin mekanik dayanımını arttırdığı rapor edilen TiO<sub>2</sub> nanopartiküller kullanılmıştır.

Adeziv diş hekimliği ile ilgili çok sayıdaki araştırma ve teknolojideki ilerlemeler, hekimlerin restoratif materyal tercihine olumlu katkıda bulunmuştur. Günümüz diş hekimliğinde kullanılan estetik materyallerden biri olan kompozit rezin, 1962 yılında Dr. R. Bowen tarafından tanıtılmış ve günümüze kadar önemli gelişmeler ile yapısında değişiklikler yapılmıştır (91). Restoratif materyaller arasında kompozit rezinlerin kullanım sıklığı; estetik özellikleri, oklüzal kuvvetlere karşı dayanıklı olmaları, polimerizasyon başlangıcının ve bitiminin hekim kontrolünde olması gibi nedenlerle giderek artmaktadır (160). Bu kompozit rezinler viskozitelerine göre, kondanse edilebilir ve akışkan olmak üzere 2'ye ayrılmaktadır. 1995 yılında kullanıma sunulan akışkan kompozitlerin fiziksel ve mekanik özellikleri üzerine araştırmalar yapılmış (161-163); düşük doldurucu içeriklerinden dolayı, konvansiyonel kompozitlerden daha fazla polimerizasyon büzülmesi, daha az aşınma direnci, daha fazla su emilimi ve suda çözünürlük özelliği gösterdikleri bildirilmiştir (1). Literatürde, akışkan kompozitlerin su emilimi ve suda çözünürlük özelliklerinin karşılaştırıldığı çalışmalar bulunurken (164-166), TiO<sub>2</sub> nanotüp ile güçlendirilmiş akışkan kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlüğü ile ilgili bir çalışmaya rastlanılamamıştır. Çalışmamızda da test edilmek üzere, klinikte rutin olarak kullanılan akışkan bir kompozit rezin (Filtek Ultimate Flowable) belirlenmiştir.

Günümüzde yaygın olarak kullanılan kompozit rezinlerin polimerizasyon sürecinde hacimsel olarak %2 ile %6 arasında polimerizasyon büzülmesi gösterdikleri bildirilmiştir. Düşük konversiyon oranı ile ortaya çıkan sorunlara ek olarak, polimerizasyon büzülmesi ve tabakalama tekniğinin uygulanmasında ortaya çıkan dezavantajlar, kompozit rezinlerin kullanımında önemli bir sorun teşkil etmektedir (167). Bu nedenle araştırmalar, polimerizasyon büzülmesinin azaltılmasına ve monomer içeriğinin değiştirilmesine odaklanmış ve 2011 yılında bulk-fill kompozit rezinler geliştirilmiştir (118, 168, 169). Akışkan bulk-fill kompozitler, akışkan kompozit rezinler ile karşılaştırıldığında doldurucu içeriği azaltılmış ve doldurucu partikül büyüklüğü arttırılmıştır (5, 6). Düşük doldurucu içeriği, azalmış elastiklik modülü ve polimerizasyon büzülmesi sırasında gerçekleşen gerilimlerin azalması, akışkan kompozit rezinlere kıyasla akışkan bulk-



fill kompozit rezinlerin fiziksel ve mekanik özelliklerinin pozitif olarak artmasını ve marjinal aralık oluşumunu kısmen önlemesini sağladığı bildirilmiştir (122, 170).

Akışkan kompozit rezinlere kıyasla klinikte yeni kullanılmaya başlanılan akışkan bulk-fill kompozitler hakkında henüz sınırlı sayıda çalışma mevcuttur ve mekanik, fiziksel ve sitotoksik özellikleri yönünde yeni araştırmalara ihtiyaç duyulmaktadır. Literatürde genellikle akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin polimerizasyon büzülmeleri ve konversiyon oranlarını araştıran çalışmalar mevcuttur (127, 171-174). Bununla birlikte bu kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlük özelliklerinin değerlendirildiği sınırlı sayıda çalışmalar da bulunmaktadır. Akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin 6 ay süreyle distile su, kahve, kola, kırmızı şarap, çay ve portakal suyunda bekletildiği, materyallerin renk değişiminin ve su emilimlerinin araştırıldığı bir çalışmada akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin daha az su emilimi gösterdikleri bildirilmiştir (175). Akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin, mikrohibrit ve nanohibrit kompozit rezinleri ile farklı ağız gargaralarında bekletilerek su emilimi ve suda çözünürlüklerinin karşılaştırıldığı başka bir çalışmada ise, akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin mikrohibrit kompozitlerden daha iyi, nanohibrit kompozitlerden daha kötü sonuçlar gösterdikleri belirtilmiştir (176).

Akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin inorganik doldurucu hacminin düşük olması geleneksel kompozit rezinlere kıyasla mekanik ve fiziksel özelliklerinin daha zayıf olmasına sebep olmakta ve bu nedenle kavitenin çiğneme kuvvetlerine maruz kalacak son 2 mm'lik kısmının bir metakrilat esaslı geleneksel kompozit rezin ile restore edilmesi gerekmektedir. Ancak akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin uygulama kolaylığı ve erişilmesi zor boşluklara kolay adapte olabilmeleri nedeniyle kullanım yaygınlığı günden güne artmaktadır (5, 120). Akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin kullanım endikasyonlarının artması, mekanik ve fiziksel özelliklerinin güçlendirilmesi ile mümkün olabilmektedir. Bu nedenle akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin güçlendirilmesi ve geliştirilmesine yönelik çalışmalara ihtiyaç duyulmaktadır. Ancak literatürde TiO<sub>2</sub> veya benzeri herhangi bir nanopartikül ile güçlendirilmiş akışkan bulk-fill kompozit rezinlerle ilgili bir çalışmaya rastlanılamamıştır.

Bu in vitro çalışmada, kullanılacak kompozit rezinlerin fiziksel özelliklerinin TiO<sub>2</sub> nanotüp ile artırılması amaçlanmıştır. Dört farklı akışkan bulk-fill kompozit rezinin (Filtek Bulk Fill Flowable, Surefil SDR Flowable, Venus Bulk Fill Flowable, X-tra Base Flow) TiO<sub>2</sub> nanotüpler ile güçlendirilmesi; su emilimi ve suda çözünürlüklerinin incelenmesi ve kontrol grubu olarak seçilen bir akışkan kompozit rezin (Filtek Ultimate Flowable) ile karşılaştırılması amaçlanmıştır.

## 5.2. Sentez Yönteminin Değerlendirilmesi

Araştırmacılar 1998 yılında, TiO<sub>2</sub> nanopartiküllerini belirli kimyasal işlem ve sentezlere tabi tutmuşlar ve şekil olarak birbiri ardına sıralanmış, merkezinde içi boş oyuk bulunan, uzun silindir şekli gösteren TiO<sub>2</sub> nanotüpleri keşfetmişlerdir (177). TiO<sub>2</sub> nanopartiküllerinden nanotüp dışında; nanofiber, nanotel, nanorodlar sentezlenmiş ve literatürde bu nano boyutlu yapıların, kompozit rezinlere ilave edilip mekanik dayanımlarının karşılaştırıldığı birçok araştırma sunulmuştur (178-180). TiO<sub>2</sub> nanotüpler tek boyutlu yapıda olup duvar kalınlıkları çoğunlukla 20 ve 80 nm arasında, çapları ise 100 nm'den daha fazladır (181). TiO<sub>2</sub> nanotüplerin 250 m<sup>2</sup>/g'lık bir yüzey alanına sahip olması ve TiO<sub>2</sub> nanopartiküllerinden yaklaşık beş kat daha büyük bir yüzey alanı sergilemesi; organik matrikse kuvvetli adezyon özellik göstermesini ve birçok biyomolekül ile etkileşime girebilen başarılı nano yapı platformlar oluşturabilmesini sağlamaktadır (182, 183). Bu özellikleri TiO<sub>2</sub> nanotüplerin diş hekimliği alanında da daha çok kullanımına neden olmaktadır. TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin PMMA (polimetil metakrilat) esaslı kemik simanına etkisinin araştırıldığı bir çalışmada, TiO<sub>2</sub> nanotüp ile matriks arasındaki bağlantının yüksek olması sayesinde rezinin elastisite modülü ve esneklik dayanımı değerlerinde artış olduğu rapor edilmiştir (50). Mikrofil içerikli kompozit rezinlere TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin, materyallerin mekanik dayanım ve su emilimi özelliklerine etkisinin karşılaştırıldığı başka bir çalışmada; TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmiş kompozit rezinlerin kırılma dayanımı ve aşınma direncinin, kontrol grubundaki kompozit rezinlere kıyasla anlamlı derecede arttığı, su emiliminin ise azaldığı rapor edilmiştir (184). Çalışmamızda; kompozit rezinlerin matriksine homojen bir şekilde dağıldığı, kompozit rezinin mekanik dayanımı arttırdığı ve su emilimini azalttığı rapor edilmiş TiO<sub>2</sub> nanotüpler kullanılmıştır.

Literatürde, restoratif materyallere TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin, materyallere ait özellikler üzerine etkisinin değerlendirildiği çalışmalarda, materyale ilave edilen TiO<sub>2</sub> nanotüp yüzdesi farklılık göstermektedir (16, 50, 185). TiO<sub>2</sub> nanotüple güçlendirilmiş kompozit rezinlerin mekanik özelliklerinin karşılaştırıldığı bir çalışmada; TiO<sub>2</sub> nanotüple güçlendirilmiş kompozit rezinlerin, kontrol grubuna oranla daha başarılı mekanik özellikler gösterdiği ve ağırlıkça %1 TiO<sub>2</sub> nanotüp içeren kompozit rezinlerin, ağırlıkça %0,5 TiO<sub>2</sub> nanotüp içeren gruptan mikro sertlik ve kırılma dayanımı yönünde daha iyi performans gösterdiği rapor edilmiştir (185). TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin PMMA esaslı kemik simanına etkisinin araştırıldığı çalışmada ise, materyale farklı yüzdelerde (%0-2 arasında) TiO<sub>2</sub> nanotüpler eklenmiştir. Ancak, %1'lik yüzdeye kıyasla ağırlıkça %2 oranında TiO<sub>2</sub> nanotüp eklendiğinde, TiO<sub>2</sub> nanotüplerin matriks içinde aglomere olduğu ve matriksle zayıf etkileşime girdiği rapor edilmiştir (50). Resin esaslı dental materyallere TiO<sub>2</sub> nanopartiküllerden elde edilen TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin, antibakteriyel etkinliğe ve mekanik özelliklere etkisinin *in vitro* olarak araştırıldığı başka bir çalışmada ise; %1'den daha yüksek oranlarda TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmesinin, 2 mm kalınlıktaki örneklerin ışık almayan yüzeylerinde polimerizasyonun tam olarak gerçekleşmemesine neden olduğu rapor edilmiştir (16). Bu bulgular ışığında çalışmamızda TiO<sub>2</sub> nanotüp oranı ağırlıkça %1 olarak belirlenmiştir.

TiO<sub>2</sub> nanopartiküllerinden TiO<sub>2</sub> nanotüp sentezlenmesi için çeşitli yöntemler mevcuttur. En sık kullanılan yöntemler; sol-jel yöntemi, hidrotermal yöntem ve solvotermal yöntem iken (51), literatürde, hidrotermal sentez yönteminin kullanıldığı birçok çalışma bulunmaktadır (10, 50, 186, 187). Dafa ve ark., TiO<sub>2</sub> nanopartiküllerden hidrotermal sentez yöntemi ile TiO<sub>2</sub> nanotüpleri başarıyla elde etmişler ve TiO<sub>2</sub> nanotüpleri akışkan kompozit rezinlere ilave edip mekanik özelliklerini ve biyouyumluluklarını karşılaştırmışlardır (10). Khaled ve ark.; resin özellik gösteren bir simana, hidrotermal yöntem ile sentezledikleri TiO<sub>2</sub> nanotüpleri başarıyla ilave edip resin bazlı simanın biyouyumluluğunu ve mekanik özelliklerini test etmişlerdir (50). Çalışmamızda da TiO<sub>2</sub> nanopartiküllerinin nanotüp formuna dönüştürülmesi amacıyla hidrotermal sentez yöntemi kullanılmıştır.

Nanopartiküllerden nanotüp sentez işlemi sonrası fonksiyonlaştırma işlemi uygulanmaktadır. Bu işlem, üretilen TiO<sub>2</sub> nanotüplerin matriks içinde aglomere

olmaması amacıyla yapılan bir süreçtir (10, 50). Nanopartiküller birçok farklı şekilde fonksiyonlaştırılabilmektedirler. En yaygın kullanılan fonksiyonlaştırma yöntemleri arasında; nanopartiküllerin kaplanması, metakrilik asit ile silanlama ve MPTMS [(3-merkaptopropil)trimetoksisilan] ile silanlama işlemi sayılabilmektedir (10, 188). Literatürde, fonksiyonlaştırılmamış  $TiO_2$  nanotüplerin kompozit rezinlerin organik matriksi ile kimyasal olarak bağlanmadığı, zayıf adezyon özellikleri gösterdiği; metakrilik asit ile fonksiyonlaştırılmış  $TiO_2$  nanotüplerin ise organik matriks ile kuvvetli adezyon özellikleri gösterdiği rapor edilmiştir (189). Bir çalışmada; metakrilik asit ile fonksiyonlaştırılmış  $TiO_2$  nanofiberler ve fonksiyonlaştırılmamış  $TiO_2$  nanofiberler, kompozit rezinlere ilave edilmiş ve kompozit rezinlerin mekanik dayanımları üzerine etkileri araştırılmıştır. Çalışma sonucunda; metakrilik asit ile fonksiyonlaştırma işleminin başarıyla yapıldığı,  $TiO_2$  nanofiberlerin homojen bir şekilde organik matrikse dağıldığı ve metakrilik asit ile fonksiyonlaştırılıp kompozit rezine ilave edilen  $TiO_2$  nanofiberlerin, fonksiyonel olmayan nanofiberlere kıyasla önemli ölçüde daha iyi mekanik dayanım sergilediği bildirilmiştir (190). Çalışmamızda da  $TiO_2$  nanopartiküllerden hidrotermal sentez ile elde edilen  $TiO_2$  nanotüpler, metakrilik asit ile fonksiyonlaştırılmıştır.

### **5.3. Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Yönteminin Değerlendirilmesi**

Su emilimi ve suda çözünürlük; tüm restoratif materyallerin fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerinde, klinik başarılarında önemli rolü olan bir faktördür. Su emilimi, materyallerde boyutsal değişikliklere yol açarak, renklenmelere ve restorasyon kenarlarında kırılmalara sebep olur. Suda çözünürlük ise, restorasyonların kimyasal çözünürlüklerini artırarak biyolojik yapılarla olan uyumlarını olumsuz yönde etkiler. Sonuç olarak hem restorasyonların kenar bütünlüğü ve yüzey özellikleri bozulur, hem de estetik görünümünde kayıplar ortaya çıkar (142).

Diş hekimliğinde kullanılan su emilimi ve suda çözünürlük testleri, ISO 4049:2009 standartlarına göre standardize edilmiştir (145). Literatürde materyallerin su emilimi ve suda çözünürlüğünün değerlendirildiği birçok çalışma mevcuttur ve çalışmalarda bu amaçla ISO 4049:2009 testleri uygulanmıştır (141, 142, 191-193).

Bu çalışmada da su emilimi ve suda çözünürlük testleri için ISO 4049:2009 standartları baz alınmıştır.

ISO 4049:2009 standartlarına göre, örnekler, hazırlandıktan sonra sıcaklık değişiminden etkilenmemesi amacıyla kapalı ve hava akımından etkilenmeyecek bir yere yerleştirilmektedir (145). Çalışmamızda bu koşulu sağlamak amacıyla desikatör kullanılmış ve örneklerden nemin uzaklaşabilmesi için desikatörün cam hazne kısmının tabanına kalsiyum klorür ( $\text{CaCl}_2$ ) yerleştirilmiştir. Distile su, ISO 4049:2009 standartlarına göre tekrarlanabilir bir referans olarak kabul edildiği için (145), çalışmamızda depolama ortamı olarak distile su seçilmiş ve olası pH değişimini önlemek amacıyla distile su, haftalık olarak yenilenmiştir. ISO 4049:2009, su emilimi değerlerinin hesaplanması amacıyla  $W_{em} (\text{mg}/\text{cm}^3) = (m_1 - m_2)/V$  denklemini; suda çözünürlük değerlerinin hesaplanması amacıyla  $W_{\text{çöz}} (\text{mg}/\text{cm}^3) = (m_0 - m_2)/V$  denklemini standardize etmiştir (145). Çalışmamızda da su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin hesaplanması amacıyla bu denklemler kullanılmıştır.

#### **5.4. Su Emilimine Ait Bulguların Değerlendirilmesi**

Kompozit rezinlerin fiziksel ve mekanik özelliklerini ve klinik ömrünü etkileyen faktörlerden biri de su emilimidir. Su emiliminin fiziksel ve mekaniksel özelliklere etkisinin, inorganik doldurucu partikül ile organik matriks arasındaki bağlantının bozulması aracılığıyla materyalin yapısında hasara neden olmasından kaynaklandığı bildirilmiştir (8, 133, 135, 194). Su molekülleri, kompozit rezin içerisine üç farklı mekanizma ile girebilmektedir. Bu mekanizmalar suyun; difüzyon yoluyla rezin içerisinde bulunan boşluklara penetre olması, inorganik doldurucuların arasına girmesi, inorganik doldurucu ve organik matriks ara yüzeyine yayılarak kompozit rezin içerisinde ilerlemesi şeklinde sayılabilmektedir (139, 195).

Tüm restoratif materyallerin ISO 4049:2009 standartına göre su emilimi değerinin  $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ 'e eşit veya daha az olması gerektiği belirtilmiştir (145). Çalışmamızda  $\text{TiO}_2$  nanotüp ilavesiz akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit ile  $\text{TiO}_2$  nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin su emilimi değerleri karşılaştırıldığında maksimum su emilimi değerleri; akışkan

kompozit rezinde  $15 \times 10^{-7}$  mg/mm<sup>3</sup>, akışkan bulk-fill kompozit rezinlerde  $65 \times 10^{-7}$  mg/mm<sup>3</sup> bulunmuştur ve bu değerler ISO 4049:2009 standartına uygunluk göstermektedir.

Literatürde, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin su emilimi değerlerinin araştırıldığı bir çalışma bulunmamasına rağmen akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozitlerin su emilimi değerlerinin ISO 4049:2009 standartına göre değerlendirildiği benzer çalışmalar mevcuttur (175, 196, 197). Akışkan bulk-fill, yüksek viskoziteli bulk-fill, akışkan ve geleneksel kompozit rezinlerin bir yıllık su emilimlerinin karşılaştırıldığı çalışmada maksimum su emilimi değerleri; akışkan kompozitlerde  $19,39 \times 10^{-7}$  mg/mm<sup>3</sup>, akışkan bulk-fill kompozit rezinlerde  $26,52 \times 10^{-7}$  mg/mm<sup>3</sup> şeklinde belirtilmiştir (196). Akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozitlerin altı aylık su emilimi değerlerinin değerlendirildiği başka bir çalışmada ise maksimum su emilimi değerleri; akışkan kompozitlerde  $24,42 \times 10^{-7}$  mg/mm<sup>3</sup>, akışkan bulk-fill kompozitlerde ise  $22,20 \times 10^{-7}$  mg/mm<sup>3</sup> şeklinde bulunduğu rapor edilmiştir (175). Tüm bu çalışmalar sonucunda belirlenen değerler de çalışmamızdaki değerler gibi ISO 4049:2009 standartına uygunluk göstermektedir.

#### ***Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz Her Bir Kompozit Resinin Zamana Bağlı Su Emilimi Değerlerinin Değişimleri***

Kompozit rezinlerin su emilimi değerlerinin zamana bağlı olarak değişim gösterdiği ve bu değişimin farklı materyallerin farklı kompozisyonlarına bağlı olarak gerçekleştiği bildirilmiştir (198, 199). Nitekim bir kompozit materyalinin su emilimi özelliği organik matriksi oluşturan monomerlerin hidrofobik yapısı ile değişebilmektedir. Birçok kompozit rezinde monomer olarak kullanılan Bis-GMA, hidrofilik bir yapıya ve su molekülleri ile hidrojen bağı oluşturacak iki hidroksil grubuna sahiptir. Bis-GMA'nın hidrofilik yapısının daha fazla su emilimine neden olması, Bis-GMA'nın modifiye edilmesi ile geliştirilen bir monomer olan Bis-EMA'nın kompozit rezinlerin organik matriksinde kullanılmaya başlanmasına neden olmuştur. Bis-EMA, moleküler yapı açısından Bis-GMA'ya benzemesine rağmen hidroksil grubu bulundurmamaktadır. Bu özellikler Bis-EMA'nın viskozitesinin daha

az olmasını sağladığı gibi monomere hidrofobik özellik de kazandırmaktadır (134, 139, 200).

Çalışmamızda kullanılan akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin zamana bağlı su emilimi değerlerinde matematiksel bir azalma gözlenirse de sadece 3M Filtek Ultimate Flowable akışkan kompozitin ve Dentsply SDR akışkan bulk-fill kompozit rezinin her bir değerlendirme süresindeki su emilimi değerlerinin arasında fark gözlenmiştir ( $p < 0.05$ ). Her iki kompozit rezinin kendi grupları içindeki değerlendirmesi sonucu gözlenen bu istatistiksel farkın, her iki kompozitin monomer yapısına bağlı olduğu düşünülmektedir (Tablo 4,6). Bu durum, 3M Filtek Ultimate Flowable akışkan kompozit ve Dentsply SDR Flowable akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin organik matriksindeki hidrofilik TEGDMA monomerine bağlanabilir. TEGDMA monomerinin hidroksil gruplar içermemesine rağmen molekül yapısındaki eter bağlarının su ile uyumu nedeniyle suya afinite gösterdiği ve TEGDMA monomerinin oluşturduğu polimer ağı; Bis-GMA, UDMA ve Bis-EMA monomerlerinin oluşturdukları polimer ağlara kıyasla su emilimine daha yatkın olduğu bildirilmiştir (134). 3M Filtek Bulk Fill Flowable, Venus Bulk Fill Flowable ve X-tra Base Flow akışkan bulk-fill kompozit rezinlerinde zamana bağlı su emilimi değerlerinin değişimlerinin kendi içlerinde değerlendirilmesi sonucunda istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmemesinin nedeni ise, bu akışkan bulk-fill kompozit rezinlerde TEGDMA monomeri yerine hidrofobik Bis-EMA monomerinin kullanılması olarak düşünülmektedir (Tablo 2). Farklı monomerlerin (Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, Fit 852, Bis-EMA 30) su emilimi değerlerinin araştırıldığı bir çalışmada, en düşük su emilimi değerini Bis-EMA gösterirken; Bis-EMA monomerini sırasıyla UDMA, Bis-GMA, Fit 852 monomerleri takip etmiş ve en yüksek su emilimi değerini Bis-EMA 30 monomeri göstermiştir. Araştırmacılar Bis-EMA monomerinin su emilimi değerinin az olmasını, hidroksil grubu içermemesinden kaynaklı olduğunu belirtmişler ve Bis-EMA 30 monomerinin en yüksek su emilimi değeri göstermesini; monomerin diğer monomerlerden farklı olarak uzun etilen oksit molekülleri içermesine ve bunun sonucunda ise monomer yapısının hidrofilik karakter kazanmasına neden olduğunu rapor etmişlerdir (198).

Literatürde çalışmamızın sonuçları ile benzer sonuçlar gösteren araştırmalar bulunmaktadır (136, 196, 199, 201). Konvansiyonel kompozit rezinlerin 180 günlük

su emilimi özelliklerinin değerlendirildiği bir çalışmada, kompozit rezinlerin su emilimi değerleri periyotlar halinde ölçülmüş ve çalışmanın sonucunda su emiliminin süreç boyunca istatistiksel olarak anlamlı olmasa da matematiksel olarak arttığı rapor edilmiştir (199). Mikrohibrit ve nanofil kompozit rezinlerin su emilimi değerlerinin günlere bağlı değişiminin araştırıldığı bir çalışmada, ilk ölçümlerin yapıldığı 15.günde kompozit rezinlerin en yüksek su emilimi değeri gösterdiği ve bu değerlerin son ölçümlerin yapıldığı 180.gündeki elde edilen değerler ile istatistiksel olarak anlamlı bir fark gösterdiği belirtilmiştir (136). Konvansiyonel bulk-fill kompozit rezin, akışkan bulk-fill kompozit rezin, mikrohibrit ve nanohibrit kompozit rezinlerin distile su ve yapay tükürük içerisindeki su emilimi ve suda çözünürlük özelliklerinin değerlendirildiği başka bir çalışmada, tüm kompozit rezinlerin su emilimi değerleri; ilk ölçümün yapıldığı 6. saatten başlayarak 14. güne kadar istatistiksel olarak artmış ve 14.günde en yüksek değerini göstermiştir. Son ölçümlerin yapıldığı 12.aydaki değerler; 14.gündeki değerlere göre istatistiksel olarak anlamlı ve düşük bulunurken, 4.aydaki değerler ile arasında sadece matematiksel bir farklılık olduğu belirtilmiştir (196). Diğer bir çalışmada ise, mikrohibrit bir kompozit rezinin 7 ve 60 günlük periyotlardaki su emilimi değerleri ölçülmüş ve 60. gündeki su emilimi değeri, 7. günde elde edilen değere göre anlamlı şekilde daha düşük bulunmuştur (201). Tüm bu çalışmalar sonucunda elde edilen veriler, çalışmamızda elde ettiğimiz sonuçlar ile benzerlik göstermektedir.

### ***Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlaveli Her Bir Kompozit Resinin Zamana Bağlı Su Emilimi Değerlerinin Değişimleri***

Kompozit rezinlerin su emilimini etkileyen diğer faktörler de inorganik doldurucular ve organik matriks ile inorganik doldurucu ara yüzeyinin özellikleridir. Yüksek oranda doldurucu partikül içeriği ve düşük oranda rezin matriks kullanılması ile başarılı bir inorganik doldurucu-organik matriks arayüzünün, kompozit rezinlerde su emilimi miktarını azalttığı birçok çalışmada rapor edilmiştir (1, 139, 140, 196, 202). Yukarıda bahsedilen bu etkenlerin, suyun kompozit rezin içerisine kapiller difüzyonunu zorlaştırdığı ve dolayısıyla bu durumun su emilimi miktarını azalttığı belirtilmiştir (200, 203). Çalışmamızda da bu bilgiyi destekler bir bulgu elde edilmiştir. TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık



gözlenmemesi, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmesinin akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerde; inorganik doldurucu partikül miktarını arttırmasına, suyun difüzyon katsayısını düşürüp kapiller difüzyonunu zorlaştırmasına ve güçlü bir metakrilik asit-TiO<sub>2</sub> nanotüp arayüzünün kompozit rezinlere başarıyla ilave edilmesine bağlanabilir (Şekil 8) (Tablo 14-18).

Literatürde, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin su emilimi değerlerinin araştırıldığı bir çalışma bulunmamaktadır. Resin esaslı dental materyallere, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin antibakteriyel etkinliğe ve mekanik özelliklere etkisinin *in vitro* olarak araştırıldığı bir çalışmada; konvansiyonel kompozit rezinlere farklı oranlarda (%0,1, %0,25, %0,5, %1) TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmiş ve konvansiyonel kompozit rezinlerin su emilimi özelliklerinin değerlendirilmiştir. Ağırlıkça %0,5 ve %1 oranında TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin, çalışmadaki diğer oranlara kıyasla su emilimini istatistiksel olarak azalttığı belirtilmiştir (16).

#### ***Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavesiz Tüm Kompozit Rezinlerin Her Bir Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması***

Farklı kompozisyonlara sahip farklı materyallerin su emilimi değerlerinin farklılık göstereceği belirtilmiş olsa da, çalışmamızdaki elde edilen şaşırtıcı bir sonuç, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz tüm kompozit rezinlerin her bir güne ait su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmemesi idi. Testlerden elde edilen sonuçlar incelendiğinde, materyalin farklı içeriklerinin birbirinden farklı sonuçlara neden olduğu gözlene de, istatistiksel analizde post-hoc düzeltmesinin yapılması bu sonuçlar arasında istatistiksel bir fark yaratmamıştır.

#### ***Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlaveli Tüm Kompozit Rezinlerin Her Bir Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması***

Çalışmamızda TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezinin ve TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Bulk Fill Flow ve SDR akışkan bulk-fill kompozit rezinlerinin 21.gündeki su emilimi değerlerinin, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinin su emilimi değerine göre anlamlı bir farklılık göstermesi; TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli SDR akışkan bulk-fill kompozit rezininin (SDR™ patenli) modifiye UDMA monomerine sahip olmasına, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli

Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezinlerinin inorganik doldurucu oranlarının hacimce Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinine göre yüksek olmasına bağlanabilir (Tablo 2).

Literatürde,  $TiO_2$  nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin su emilimi değerlerinin araştırıldığı bir çalışma bulunmamaktadır. Bununla birlikte geçmiş çalışmalarda düşük inorganik doldurucu içeren restoratif materyallerin su emiliminin daha yüksek olduğu bildirilmiştir (204-206). Dört farklı kompozit rezinin (Admira, Composan LCM, Tetric Ceram HB, Flowline) su emiliminin karşılaştırdığı benzer bir çalışmada, en düşük oranda inorganik doldurucu partikül içeren Flowline (%60) akışkan kompozit rezinin en yüksek su emilimi değerine sahip olduğu belirtilmiştir. Aynı çalışmada en düşük su emilim miktarı ise en yüksek oranda inorganik doldurucu partikül (%81) içeren Tetric Ceram HB kompozit rezin materyaline ait olarak bulunmuştur (207). Bir akışkan kompozit rezin ve dört farklı konvansiyonel kompozit rezinlerin bir saatlik su emilimi değerlerinin karşılaştırıldığı başka bir çalışmada ise inorganik doldurucu partikül oranı en düşük akışkan kompozit rezinin, diğer konvansiyel kompozit rezinlere kıyasla yüksek oranda su emilimi değeri gösterdiği belirtilmiştir. Araştırmacılar, akışkan kompozit rezinin yüksek su emilimi değeri göstermesinin; düşük oranda inorganik doldurucu içermesine ek olarak difüzyon katsayısının, diğer kompozit rezinlere göre yüksek bulunmasından kaynaklı olduğunu belirtmişlerdir (208).

#### ***Titanyum Dioksit ( $TiO_2$ ) Nanotüp İlavesiz ve İlaveli Tüm Kompozit Rezinlerin Her Bir Güne Ait Su Emilimi Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması***

Filtek Bulk Fill akışkan bulk-fill kompozit rezin, Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezinine benzer oranda inorganik doldurucu partikül miktarına sahip olsa da, Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezin, Filtek Bulk Fill akışkan bulk-fill kompozit rezininden farklı olarak hidrofilik TEGDMA monomeri içermektedir (Tablo 2). Bununla birlikte daha önce de belirtildiği gibi TEGDMA monomerinin molekül yapısındaki eter bağlarının suya afinitesi nedeniyle Bis-GMA, UDMA ve Bis-EMA monomerlerine kıyasla su emilimine daha yatkın olduğu

bildirilmiştir (134). Her iki kompozit rezin arasında 1.gündeki anlamlı su emilimi farkı, bu monomerin etkinliğine bağlanabilir.

Çalışmamızda 7.günde TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezin ile TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz SDR akışkan bulk-fill kompozit rezini arasındaki istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük su emilimi farkının Bis-EMA monomerinden kaynaklı olduğu söylenebilir. Bununla birlikte daha önce de belirtildiği gibi Bis-EMA, moleküler yapı açısından Bis-GMA'ya benzemesine rağmen hidroksil grubu bulundurmamaktadır ve monomer hidrofobik yapıda olduğu için su emilimi değeri Bis-GMA ve TEGDMA monomerlerine kıyasla daha düşük seviyede bulunmuştur (134, 139, 198).

TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezin ile TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz SDR akışkan bulk-fill kompozit rezini arasındaki 7.gündeki istatistiksel olarak anlamlı su emilimi farkı, X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezininin SDR akışkan bulk-fill kompozit rezinine kıyasla daha yüksek oranda inorganik doldurucu partikül içermesine ve X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezinin, SDR akışkan bulk-fill kompozit rezinden farklı olarak hidrofobik Bis-EMA monomeri içermesine bağlanabilir. Üç farklı yüksek viskoziteli bulk-fill (Tetric® N-Ceram Bulk Fill, X-tra Fil, SonicFill™) ve bir konvansiyonel kompozit rezinin (Filtek™ Z250) su emilimi değerlerinin karşılaştırıldığı bir çalışmada araştırmacılar, en düşük su emilimi değerini gösteren kompozit rezinin X-tra Fil kompozit rezini olduğu belirtmişler ve bu durumu, X-tra Fil kompozit rezinin diğer kompozit rezinlere kıyasla en yüksek oranda inorganik doldurucuya sahip olmasından kaynaklı olduğunu rapor etmişlerdir (209).

Çalışmamızın her bir kompozitin her bir değerlendirme süresinde TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesi, su emilimi değerini olumlu olarak etkilemiştir. TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmiş her bir kompozit rezinin 1., 7., 14. ve 21.günlerdeki su emilimi değerleri matematiksel olarak bir azalma göstermiştir. Ancak bu azalma 1., 7. ve 21. günlerde istatistiksel olarak anlamlı bir değer göstermiştir. Bu sonucu, TiO<sub>2</sub> nanotüplerin birim hacimdeki yüzey alanını arttırarak rezin matris ile inorganik doldurucu arasındaki boşluklara suyun emilimini engellediği düşünülmektedir. Bununla birlikte bu sonucun bir diğer nedeni ise, TiO<sub>2</sub> nanotüplerin metakrilik asit ile başarılı bir

silanlama işlemi sonucunda kuvvetli bir bariyer oluşturup suyun, inorganik doldurucular ile organik matriks arayüzüne girişinin engellenmesiyle açıklanabilir.

TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezin, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus akışkan bulk-fill kompozit rezini ile ağırlıkça aynı doldurucu oranına sahip olsa da (%65), Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinine göre hacimce (%46) daha çok inorganik doldurucuya sahiptir. Fakat Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezin, Venus akışkan bulk-fill kompozit rezininden farklı olarak organik matriksinde hidrofilik TEGDMA monomeri içermektedir ve birçok çalışmada TEGDMA monomerine sahip kompozit rezinlerin su emilimine daha yatkın oldukları belirtilmiştir (8, 210-212). Bununla birlikte nanohibrit ve mikrohibrit iki kompozit rezin materyalinin su emiliminin incelendiği bir çalışmada, mikrohibrit içeriğe sahip kompozit rezinin önemli derecede daha az su emilimi gösterdiği belirtilmiştir. Daha hidrofilik monomerler (Bis-GMA, TEGDMA) içeren mikrohibrit kompozit rezinin daha az su emilimi göstermesinin, inorganik doldurucu partikül miktarının daha yüksek olmasına bağlı olduğu rapor edilmiştir (136). Bu bilgiler ışığında TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezininin, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinine kıyasla daha düşük su emilimi göstermesinin, organik matriksten çok inorganik doldurucu partiküllerinin kimyasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çalışmamızın diğer bir sonucu olan, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezinleri ile TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus akışkan bulk-fill kompozit rezini arasındaki istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük su emilimi farkı, inorganik doldurucu partikül miktarlarına bağlanabilir. İnorganik doldurucu partikül miktarları kıyaslandığında ağırlıkça ve hacimce en düşük ağırlık yüzdesine sahip kompozit rezin Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinidir (Tablo 2). Akışkan bulk-fill, yüksek viskoziteli bulk-fill, akışkan ve normal kompozit rezinlerin bir yıllık su emilimlerinin karşılaştırıldığı çalışmada, Venus akışkan bulk-fill kompozit rezini; Filtek Bulk Fill Flow, SDR ve X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezinlerinden daha fazla su emilimi göstermiştir (196). Veriler, çalışmamızda elde ettiğimiz sonuçlar ile paralellik göstermektedir.

## 5.5. Suda Çözünürlüğe Ait Bulguların Değerlendirilmesi

Çözünürlük, bir maddenin başka bir madde içinde çözünmesi anlamına gelmektedir (213). Suda çözünürlük ise, restorasyonların su çözeltisi içerisinde kimyasal olarak çözünmesi olarak tarif edilmektedir. Dental materyallerin fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerini etkileyen, restoratif materyallerin uzun dönem klinik başarısında önemli rol oynayan ve bütünüyle kontrol altına alınamayan faktörlerden biri de suda çözünürlüktür (142, 143). Suda çözünürlük, restorasyonların kimyasal çözünürlüklerini arttırarak marjinal bütünlüğün, yüzey özelliklerinin ve estetiğin kaybına katkıda bulunmakta ve bu durum ise uzun dönemde restorasyon başarısızlığına neden olmaktadır. Kompozit rezinler bir su çözeltisi içerisinde bekletildiklerinde, su molekülleri kompozit materyalin içerisine difüze olmaya başlamakta ve kimyasal bozunmanın başlamasına neden olmaktadır. Kompozit rezinlerdeki kimyasal bozunma sonucu, kompozit rezinin yapısından reaksiyona girmemiş monomerler ve inorganik doldurucu partiküller uzaklaşmaktadır. Sonuçta kompozit rezinde görülen kimyasal erozyon süreci kompozit rezinin ağırlık kaybı ile sonuçlanmaktadır (214-216).

Tüm restoratif materyallerin ISO 4049:2009 standartına göre suda çözünürlük değerinin  $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ 'e eşit veya daha az olması gerektiği belirtilmiştir (145). Çalışmamızda  $\text{TiO}_2$  nanotüp ilavesiz akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit ile  $\text{TiO}_2$  nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin suda çözünürlük değerleri karşılaştırıldığında maksimum suda çözünürlük değerleri; akışkan kompozit rezinde ' $88 \times 10^{-7}$ '  $\text{mg}/\text{mm}^3$ , akışkan bulk-fill kompozit rezinlerde ' $662 \times 10^{-7}$ '  $\text{mg}/\text{mm}^3$  bulunmuştur ve bu değerler ISO 4049:2009 standartına uygunluk göstermektedir.

Literatürde,  $\text{TiO}_2$  nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin su emilimi değerlerinin araştırıldığı bir çalışma bulunmamasına karşın akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozitlerin suda çözünürlük değerlerinin ISO 4049:2009 standartına göre karşılaştırıldığı benzer çalışmalar mevcuttur (196, 197, 217). Akışkan bulk-fill, yüksek viskoziteli bulk-fill, akışkan ve geleneksel kompozit rezinlerin bir yıllık suda çözünürlük değerlerinin karşılaştırıldığı çalışmada maksimum suda çözünürlük değerleri; akışkan

kompozitlerde  $29,55 \times 10^{-7}$  mg/mm<sup>3</sup>, akışkan bulk-fill kompozit rezinlerde ise  $31,69 \times 10^{-7}$  mg/mm<sup>3</sup> olarak rapor edilmiştir (196). Yedi farklı akışkan kompozit rezinin su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin karşılaştırıldığı bir çalışmada ise maksimum suda çözünürlük değeri  $78 \times 10^{-7}$  mg/mm<sup>3</sup> şeklinde bulunduğu belirtilmiştir (217).

### ***Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavessiz Her Bir Kompozit Rezinin Zamana Bağlı Suda Çözünürlük Değerlerinin Değişimleri***

Çalışmamızda kullanılan akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin suda çözünürlük değerlerinin zamana bağlı değişimlerinde, matematiksel bir artış gözlenmese de istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmiştir ( $p < 0.05$ ). Literatürde kompozit rezinlerin çözünürlük özellikleri üzerine zamanın etkisinin incelendiği çalışmalarda, suda çözünürlük değerlerinin geniş bir aralıkta değiştiği ve değişimin düzenli olmadığını belirten çalışmalar mevcuttur (131, 199, 218). Konvansiyonel kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlüklerin karşılaştırıldığı bir çalışmada araştırmacılar; 1.günde elde edilen suda çözünürlük değeri ile 60. ve 180.günde elde edilen değerler arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğunu gözlemlenmelerine rağmen, 1.günden 180.güne kadar olan periyottaki suda çözünürlük değerlerinin matematiksel bir artış göstermediğini belirtmişlerdir. Araştırma sonucunda suda çözünürlük değerlerindeki düzenli olmayan değişimlerin tek bir nedene bağlı olmadığını, matriks kompozisyonundaki ve genel olarak kompozitlerin kimyasal yapılarındaki değişikliklerle açıklanabileceği belirtilmiştir (199).

Bir materyalin su emilimi sonucunda kompozit rezin materyalinin yapısına difüzyon ile giren sıvılar, rezin yapıdan artık monomerlerin uzaklaşmasına neden olmakta, bu durum da kimyasal bozunmayı ve suda çözünmeyi meydana getirmektedir. Yapıya giren su miktarı ne kadar fazla ise; çözünürlük de o kadar fazla olmaktadır (134, 199). Çalışmamızdaki akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin suda çözünürlük değerlerinin zamana bağlı değişimleri incelendiğinde, tüm kompozit rezinler için 1.gündeki suda çözünürlük değerinin 21.gündeki suda çözünürlük değerine oranla daha düşük olması ve aralarındaki istatistiksel olarak anlamlı fark; 21.güne kadar kompozit rezin yapısına daha fazla su

difüzyonu olması ve bunun sonucunda rezin yapısında kimyasal çözünme değerindeki artışa atfedilebilir.

Literatürde çalışmamızın sonuçları ile benzer sonuçlar gösteren araştırmalar bulunmaktadır (196, 201, 218). Konvansiyonel bulk-fill kompozit rezin, akışkan bulk-fill kompozit rezin, mikrohibrit ve nanohibrit kompozit rezinlerin distile su ve yapay tükürük içerisindeki su Emilimi ve suda çözünürlük özelliklerinin değerlendirildiği bir çalışmada, tüm kompozit rezinlerin suda çözünürlük değerleri; ilk ölçümün yapıldığı 6.saatten başlayarak 3.aya kadar istatistiksel olarak artmış ve 4.ayda en yüksek değerini göstermiştir. Son ölçümlerin yapıldığı 12.aydaki değerler; 4.ayda elde edilen değerlere göre istatistiksel olarak anlamlı ve yüksek bulunmuştur (196). Mikrohibrit bir kompozit rezinin 7 ve 60 günlük periyotlardaki suda çözünürlük değerleri karşılaştırıldığında, 7. gündeki suda çözünürlük değeri, 60. günde ölçülen değere göre anlamlı şekilde daha düşük bulunmuştur (201). Akışkan kompozit, mikrofil kompozit ve nanohibrit kompozit rezinlerin su Emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin karşılaştırıldığı başka bir çalışmada ise, 1. saat, 1. gün, 7. gün ve 30. günde ölçümler yapılmış; sadece akışkan kompozit rezinin suda çözünürlük değerleri son ölçümün yapıldığı 30.günde, 1.saat değerine göre istatistiksel olarak anlamlı ve yüksek bulunmuştur (218). Tüm bu çalışmalar, zamana bağlı suda çözünürlük değerlerindeki artışın, yapıya giren toplam su miktarının ilk güne göre daha fazla olmasına bağlamışlardır.

### ***Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlaveli Her Bir Kompozit Rezinin Zamana Bağlı Suda Çözünürlük Değerlerinin Değişimleri***

Bir materyalin su Emilimini etkileyen faktörlerin suda çözünürlük özelliği üzerinde de etkili olduğu bildirilmiştir (1, 134). Bu özelliklerden bir tanesi, kompozit rezinlerin fotopolimerizasyonu sırasında reaksiyona girmemiş monomerlerdir. Fotopolimerizasyon esnasında kompozit rezinlerin yapılarındaki reaksiyona girmemiş monomerler, ağ şeklindeki polimer ünitelerine yapışık C=C bağları şeklinde bulunmaktadır. Sarkık C=C gruplarının reaktivitesindeki artış, polimerize olmaya başlayan polimerik ağda, geniş bir kristalizasyona neden olmakta ve kristalizasyon miktarındaki artış, çapraz polimer ağ yoğunluğunda azalmaya yol açmaktadır. Çapraz polimer bağ miktarının azalmasının, difüzyon katsayısını

arttırarak su emilimini arttırdığı; bunun sonucunda kimyasal çözünmenin başladığı ve dolayısıyla kompozit rezinde suda çözünürlük miktarının artmaya başladığı bildirilmiştir (219, 220). TEGDMA monomerinin oluşturduğu çapraz polimer ağı; Bis-GMA, UDMA ve Bis-EMA monomerlerinin oluşturdukları polimer ağlara kıyasla suda çözünürlüğe daha yatkın olduğu bildirilmiştir (8, 134, 210). Çalışmamızda da bu bulguyu destekler bir sonuç elde edilmiştir. TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin (3M Ultimate Flow, 3M Filtek Bulk Fill Flow ve X-tra Base) suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmemesine rağmen; TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli SDR akışkan bulk-fill kompozit rezin ve TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin suda çözünürlük değerlerinin zamana bağlı değişimlerinde istatistiksel olarak anlamlı bir farklılığın elde edilmesi, SDR akışkan bulk-fill kompozit rezin yapısındaki hidrofilik TEGDMA monomerine ve Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinin inorganik doldurucu partikül yoğunluğunun düşük olmasına bağlanabilir (Tablo 2). Her iki kompozitteki her iki ayrı özelliğin de daha fazla suda çözünürlüğe neden olduğu düşünülmektedir.

Literatürde, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin suda çözünürlük değerlerinin araştırıldığı bir çalışma bulunmamaktadır. Resin esaslı dental materyallere, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin antibakteriyel etkinliğe ve mekanik özelliklere etkisinin *in vitro* olarak araştırıldığı bir çalışmada; konvansiyonel kompozit rezinlere ağırlıkça farklı oranlarda (%0,1, %0,25, %0,5, %1) TiO<sub>2</sub> nanotüp ilave edilmiş ve konvansiyonel kompozit rezinlerin suda çözünürlük özellikleri değerlendirilmiştir. Çalışma sonunda, %0,5 ve %1 oranında TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin; %0,1 ilaveli, %0,25 ilaveli ve TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz gruplara kıyasla suda çözünürlüğü istatistiksel olarak anlamlı derecede azalttığı rapor edilmiştir (16).



### ***Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavessiz Tüm Kompozit Rezinlerin Her Bir Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması***

Bir materyalin suda çözünürlük özelliğini etkileyen diğere bir faktör de materyalin inorganik doldurucu partikül yoğunluğudur. İnorganik doldurucu partikül yoğunluğunun fazla olması, materyalin su emilimi miktarını azaltmakta; bunun sonucunda suyun, restoratif materyalde meydana getireceği kimyasal erozyona bağlı çözünme miktarı ve dolayısıyla suda çözünürlük değerinin azalacağı belirtilmiştir (1, 99, 221, 222). Çalışmamızda da bu bulguyu destekler bir sonuç elde edilmiştir. X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezin ile Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezin arasında 7., 14. ve 21.günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasındaki istatistiksel olarak anlamlı fark, Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezinin hidrofilik TEGDMA monomeri içermesinden ve inorganik partikül yoğunluğunun X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezinden daha az olmasından kaynaklanabilir (Tablo 2).

### ***Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İvelili Tüm Kompozit Rezinlerin Her Bir Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Birbiri ile Karşılaştırılması***

TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit ve Filtek Bulk Fill Flow akışkan bulk-fill kompozit rezinin 7.gündeki, Filtek Bulk Fill Flow akışkan bulk-fill kompozit rezinin 14. ve 21.gündeki suda çözünürlük değerlerinin, Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinin değerlerine göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermesinin; Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit ve Filtek Bulk Fill Flow akışkan bulk-fill kompozit rezinlerinin inorganik partikül miktarlarının hacimce Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinine göre yüksek olmasından kaynaklandığı söylenebilir (Tablo 2). Daha önce de belirtildiği gibi inorganik partikül miktarının fazla olması; materyalin su difüzyonunu düşürerek su emilimini azaltmakta ve dolayısıyla materyalin kimyasal erozyon miktarını düşürüp suda çözünürlük değerini düşürmektedir (1, 222).

Nitekim bununla birlikte geçmiş çalışmalarda da düşük inorganik doldurucu içeren restoratif materyallerin suda çözünürlük değerlerinin daha yüksek olduğu rapor edilmiştir (191, 208, 218). Akışkan kompozit ve konvansiyonel kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlüklerinin değerlendirildiği bir çalışmada,

akışkan kompozit rezin en yüksek suda çözünürlük değeri göstermiştir. Araştırmacılar, akışkan kompozit rezinin yüksek suda çözünürlük değeri göstermesinin; diğer kompozitlere kıyasla düşük inorganik doldurucu içermesine, daha çok su emilimi değeri göstermesine ve bunun sonucunda daha kimyasal olarak çözünmesi kaynaklı olduğunu belirtmişlerdir (208).

***Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüp İlavessiz ve İveleli Tüm Kompozit Resinlerin Her Bir Güne Ait Suda Çözünürlük Değerlerinin Hem Kendi İçinde Hem de Birbirleri ile Karşılaştırılması***

Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezin ile Filtek Bulk Fill Flow akışkan bulk-fill kompozit rezin arasında 7. ve 14.günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasındaki istatistiksel olarak anlamlı fark, Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezin yapısındaki hidrofilik TEGDMA monomerinin etkinliğine bağlanabilir. TEGDMA monomerinin molekül yapısındaki eter bağlarının suya afinitesi, Bis-GMA, UDMA ve Bis-EMA monomerlerine kıyasla daha fazla su emilimi yapmasına neden olmakta ve TEGDMA monomerinin yapısındaki çapraz polimer ağlar; Bis-GMA, UDMA ve Bis-EMA monomerlerinin oluşturdukları polimer ağlara kıyasla su emilimine daha yatkındır (8, 134, 210). Su emilimi miktarının artması, kompozit rezin yapısındaki kimyasal erozyon miktarını ve dolayısıyla suda çözünürlük değerini arttırmaktadır (134, 208).

SDR akışkan bulk-fill kompozit rezin ve Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezin arasında 7., 14. ve 21.günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasındaki istatistiksel olarak anlamlı fark ile X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezin ile Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezin arasında 1., 7., 14. ve 21.günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasındaki istatistiksel olarak anlamlı fark; SDR akışkan bulk-fill kompozit rezin yapısındaki SDR™ patenli modifiye UDMA monomerine, SDR ve X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit resinlerinin inorganik doldurucu partikül yoğunluğunun ağırlıkça ve hacimce Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit resinine göre yüksek olmasına ve Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit resinin yapısındaki hidrofilik TEGDMA monomerinin etkinliğine bağlanabilir. Araştırmacılar, inorganik doldurucu partikül yoğunluğunun artmasının, suyun kapiller difüzyonunu zorlaştırdığını ve bunun sonucunda kompozit rezin yapısında

görülmesi muhtemel kimyasal çözünmenin azaldığını belirtmişlerdir (139, 140, 200, 203).

X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezin ile SDR akışkan bulk-fill kompozit rezin arasında 1., 7. ve 21. günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farkın, X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezinin inorganik doldurucu partikül yoğunluğunun ağırlıkça ve hacimce SDR akışkan bulk-fill kompozit rezinden fazla olmasına ve X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezinin yapısındaki Bis-EMA monomerine bağlı olduğu söylenebilir. Bis-EMA, moleküler yapı açısından Bis-GMA'ya benzemesine rağmen hidroksil grubu bulundurmamaktadır ve monomer hidrofobik yapıda olduğu için su emilimi değeri Bis-GMA ve TEGDMA monomerlerine kıyasla daha düşük seviyede bulunmuştur. Bis-EMA monomerinde su emilimi miktarının diğer monomere kıyasla az miktarda gözlenmesi, yapısında meydana gelen kimyasal erozyon ve suda çözünürlük miktarının da azalmasına sebep olduğu rapor edilmiştir (134, 139, 198).

X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezin ile Filtek Bulk Fill Flow akışkan bulk-fill kompozit rezin arasında 1. ve 21. günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı fark, X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezinin inorganik doldurucu partikül yoğunluğunun ağırlıkça ve hacimce Filtek Bulk Fill Flow akışkan kompozit rezine göre yüksek olmasına bağlanabilir.

Çalışmamızın her bir kompozitin her bir değerlendirme süresinde  $TiO_2$  nanotüp ilavesi, suda çözünürlük değerini olumlu olarak etkilemiştir.  $TiO_2$  nanotüp ilave edilmiş her bir kompozit rezinin 1., 7., 14. ve 21.günlerdeki suda çözünürlük değerleri, matematiksel olarak bir azalma göstermiş ve ölçümlerin yapıldığı bütün günlerdeki elde edilen bu değerler arasındaki fark, istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur. Bu sonucu daha önce de belirtildiği gibi  $TiO_2$  nanotüplerin; birim hacimdeki yüzey alanını arttırarak rezin matriks ile inorganik doldurucu arasındaki boşlukları azaltarak suyun difüzyonunu engellemesi ve metakrilik asit ile başarılı bir silanlama işlemi sonucunda kuvvetli bir bariyer oluşturup suyun, inorganik doldurucular ile organik matriks arayüzüne girişinin engellenmesiyle açıklanabilir. Su emiliminin azalması sonucunda materyal yapısında meydana gelen kimyasal erozyon ve suda çözünürlük azalmasının,  $TiO_2$  nanotüplerin inorganik doldurucu

partikül miktarını arttırmasından ve metakrilik asit ile silanlama işleminin başarılı bir şekilde gerçekleşmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezin ve TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus akışkan bulk-fill kompozit rezin arasında 7.gündeki suda çözünürlük değerleri arasındaki istatistiksel olarak anlamlı fark ile Filtek Bulk Bill Flow akışkan bulk-fill kompozit rezin ile Venus akışkan bulk-fill kompozit kompozit rezin arasında 7., 14. ve 21.günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasındaki istatistiksel olarak anlamlı farkın; her 3 kompozit rezinin organik matrikslerindeki monomerler (Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA) benzer olmasına rağmen hacimce inorganik doldurucu partikül yoğunlukları arasındaki farklılıktan kaynaklı olmasına bağlanabilir (Tablo 2). Literatürde, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin suda çözünürlük değerlerinin araştırıldığı bir çalışma bulunmamaktadır. Bununla birlikte akışkan bulk-fill, yüksek viskoziteli bulk-fill, akışkan ve normal kompozit rezinlerin bir yıllık suda çözünürlük değerlerinin karşılaştırıldığı çalışmada, hacimce inorganik doldurucu partikül yoğunluğu X-tra Base ve Filtek Bulk Fill Flow akışkan bulk-fill kompozit rezinlerinden daha düşük olan Venus akışkan bulk-fill kompozit rezini; X-tra Base ve Filtek Bulk Fill Flow akışkan bulk-fill kompozit rezinlerinden daha fazla suda çözünürlük değeri göstermiştir (196). Araştırmacılar bu sonucu, inorganik partikül yoğunluğunun fazla olmasının, kompozit rezin yapısında gözlenen su emilimini miktarının ve kimyasal çözünmenin azalmasına bağlamışlardır.

SDR akışkan bulk-fill kompozit rezin, Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinine göre ağırlıkça ve hacimce daha çok inorganik doldurucuya sahiptir. Fakat SDR akışkan bulk-fill kompozit rezin, Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinden farklı olarak organik matriksinde SDR™ patenli modifiye UDMA ve hidrofilik TEGDMA monomeri içermektedir ve TEGDMA monomerine sahip kompozit rezinlerin su emilimine ve suda çözünürlüğe daha yatkın oldukları birçok çalışmada belirtilmiştir (8, 134, 210). Bu bilgiler ışığında TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli SDR akışkan bulk-fill kompozit rezin ile TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus akışkan bulk-fill kompozit rezin arasında 14. ve 21.günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasındaki istatistiksel anlamlı fark, SDR akışkan bulk-fill kompozit rezin yapısındaki SDR™ patenli modifiye UDMA monomerinden ve inorganik doldurucu partiküllerin kimyasından

kaynaklandığı düşünülmektedir. SDR <sup>TM</sup> patenli modifiye UDMA monomerinin su emilimi veya suda çözünürlük gibi mekanik ve fiziksel koşullarda nasıl bir reaksiyon gösterdiğine dair herhangi bir bilgi bulunmamaktadır.

SDR akışkan bulk-fill kompozit, Filtek Bulk Fill Flow akışkan bulk-fill kompozit rezinine göre daha çok inorganik doldurucu partikül miktarına sahip olsa da, SDR akışkan bulk-fill kompozitin organik matriksindeki hidrofilik TEGDMA monomeri ve Filtek Bulk Fill Flow akışkan bulk-fill kompozitin organik matriksindeki Bis-EMA monomerinin, TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli her iki akışkan bulk-fill kompozit rezin arasındaki 7. gündeki suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel anlamlı farka neden olduğu düşünülmektedir. Bis-EMA ve Bis-GMA monomerlerinin suda çözünürlük değerlerinin karşılaştırıldığı bir çalışmada; Bis-EMA monomerinin 7. ve 30.günlerdeki suda çözünürlük değerleri ile Bis-GMA monomerinin 7. ve 30.günlerdeki suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmuştur. Araştırmacılar, Bis-EMA monomerinin suda çözünürlük değerinin düşük bulunmasını, Bis-EMA monomerinin Bis-GMA monomerine göre daha hidrofobik yapıda olmasına ve bu durumu da Bis-EMA monomerinin hidroksil grubu bulundurmasından kaynaklı olduğunu belirtmişlerdir (223).

SDR akışkan bulk-fill kompozit, Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezine göre daha çok inorganik doldurucu partikül miktarına sahip olsa da TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli her iki kompozit arasında 7.gündeki suda çözünürlük değerleri arasındaki istatistiksel olarak anlamlı fark, Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezinin organik matriksindeki Bis-EMA monomerinin kimyasına bağlanabilir (Tablo 2).

TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezin ve TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli Venus akışkan bulk-fill kompozit rezin arasında 7.gündeki suda çözünürlük değerleri arasındaki istatistiksel olarak anlamlı fark, Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezinin inorganik partikül miktarının hacimce Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinden yüksek olmasından kaynaklanabilir (Tablo 2).

## 6. SONUÇ

Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi sıralanabilir;

- Titanyum dioksit ( $\text{TiO}_2$ ) nanotüplerin karakterizasyonuna ait bulgular ışığında, anataz formundaki  $\text{TiO}_2$  tozlarından,  $\text{TiO}_2$  nanotüplerin üretilmesinde hidrotermal sentez yöntemin başarılı olduğu söylenebilir.
- Fonksiyonlaştırılmış  $\text{TiO}_2$  nanotüplerin karakterizasyonuna ait bulgular ışığında, FTIR spektrumunda C=C vinil bandlarının varlığının gözlenmesi, metakrilik asit ile  $\text{TiO}_2$  nanotüplerin fonksiyonlaştırma işleminin başarılı olduğu anlamına gelebilir.
- Fonksiyonlaştırılmış  $\text{TiO}_2$  nanotüplerin karakterizasyonuna ait bulgular sonucunda,  $\text{TiO}_2$  nanotüplerin kompozit rezin içerisinde aglomere olmadan homojen bir şekilde dağılabildiği söylenebilir.
- $\text{TiO}_2$  nanotüp ilaveli tüm kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin ISO 4049:2009 standartlarına uygun olduğu söylenebilir.
- Kompozit rezinlerin su emilimi ve su difüzyon mekanizmalarında spesifik bir doyma noktası olduğu, doyma noktasına ulaşma sürelerinin birbirlerinden farklı olduğu ve doyma noktasına ulaştıktan sonra su emilimi değerlerinin azaldığı söylenebilir.
- Doldurucu partikül miktarı fazla olan kompozit rezinlerdeki su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin, doldurucu partikül miktarı az olan kompozit rezinlerdeki su emilimi ve suda çözünürlük değerlerine göre daha az bulunması; bir kompozit rezinin doldurucu partikül miktarının, su emilimi ve suda çözünürlük özelliklerinde etkili olduğu söylenebilir
- $\text{TiO}_2$  nanotüp ilave edilmesinin tüm kompozit rezinlerde; partikül yüzdesini arttırdığı ve dolayısıyla rezin matriks ile inorganik doldurucu partikül arasında var olan boşlukları azalttığı söylenebilir. Bu durumun da suyun kapiller difüzyonunu zorlaştırarak su emilimi ve suda çözünürlük değerlerini azalttığı söylenebilir.

- TEGDMA monomerine sahip TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz ve ilaveli kompozit rezinlerin farklı günlerdeki su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin, Bis-GMA ve Bis-EMA monomerlerini içeren akışkan ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlere kıyasla daha düşük seviyede olması, TEGDMA monomerinin, molekül yapısındaki eter bağlarının suya afinite göstermesinden kaynaklı olarak su emilimi değerini arttırdığı söylenebilir. Bis-EMA monomerine sahip TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz ve ilaveli kompozit rezinlerin farklı günlerdeki su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin, Bis-GMA ve TEGDMA monomerlerini içeren akışkan ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlere kıyasla daha düşük seviyede olması, Bis-EMA monomerinin moleküler yapı açısından hidroksil grubu bulundurmamasına ve hidrofobik karakter göstermesine bağlı olabilir. Bu bilgiler ışığında, bir kompozit rezinin monomer tipinin de su emilimi ve suda çözünürlük özelliklerinde etkili olduğu söylenebilir.

Sonuç olarak diş hekimliğinde sıklıkla kullanılan akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin mekanik açıdan güçlendirilmesi daha başarılı ve uzun ömürlü restorasyonların yapılabilmesine imkân tanıyabilecektir. Bununla birlikte; TiO<sub>2</sub> nanotüp elde edilmesinde ve TiO<sub>2</sub> nanotüp fonksiyonlaştırılmasında kullanılan farklı yöntemlerin, kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin araştırılması için kullanılan farklı ölçüm sürelerinin, kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlük özelliklerine etkisi üzerine daha fazla çalışmaya ihtiyaç olduğunu düşünülmektedir. Kompozit rezinlere TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesinin kompozit rezinlerin hem su emilimi ve suda çözünürlük hem de mekanik özellikleri üzerindeki etki mekanizmalarının anlaşılması için daha fazla araştırma yapılması, TiO<sub>2</sub> nanotüp içeren akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin *in vivo* ve *in vitro* çalışmalarla klinik uygulanabilirliğinin araştırılması ve bu çalışmadan elde edilen sonuçların, yapılacak olan araştırmalar ile desteklenmesine ihtiyaç olduğu söylenebilir. Bununla birlikte birçok alanda hayatımıza girmiş olan TiO<sub>2</sub>'nin sitotoksosite değerlerinin araştırılması ve bu değerlerin *in vitro* üç boyutlu hücre kültürü testleri ve klinik çalışmalarla desteklenmesi gerekmektedir.

## ÖZET

### **Titanyum Dioksit (TiO<sub>2</sub>) Nanotüplerin, Düşük Viskosite Bulk Fill Akışkan Kompozit Resinlerin Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Özelliklerine Etkisi**

Bu *in-vitro* çalışmanın amacı, dört farklı akışkan bulk-fill kompozit ve bir adet akışkan kompozit rezine %1 oranında titanyum dioksit (TiO<sub>2</sub>) nanotüp ilavesinin, bu kompozit resinlerin su Emilimi ve suda çözünürlük değerleri üzerine etkisinin incelenmesidir.

Bu çalışmada; 13 nm çapında ve anataz formunda TiO<sub>2</sub> tozu kullanıldı. TiO<sub>2</sub> tozundan TiO<sub>2</sub> nanotüpler, hidrotermal yöntem ile sentezlendi. Sentezlenen TiO<sub>2</sub> nanotüplerin fonksiyonlaştırılması amacıyla metakrilik asit kullanıldı. TiO<sub>2</sub> nanotüplerin karakterizasyonları; Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS), X-Işını Kırınım Difraktometresi (XRD) ve Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) ile gerçekleştirildi. Çalışmada restoratif materyal olarak; bir adet akışkan kompozit rezin (Filtek Ultimate Flowable, 3M) ve dört farklı akışkan bulk-fill kompozit rezin (Filtek Bulk Fill Flowable, 3M; Surefil SDR Flowable, Dentsply; Venus Bulk Fill Flowable, Heraeus Kulzer; X-tra Base Flow, Voco) kullanıldı. Kompozit resinlerin su Emilimi ve suda çözünürlük değerlerinin incelenmesi amacı ile 8 mm çapında ve 2 mm kalınlıkta disk şeklinde örnekler hazırlandı. Her bir kompozit rezin grubundan 30 adet hazırlanan örnekler 2 alt gruba ayrıldı. Her bir alt gruptaki 15 adet örneğe eklenecek ağırlıkça %1 oranında fonksiyonlaştırılmış TiO<sub>2</sub> nanotüpler, spatülasyon yöntemi ile kompozit resinlere ilave edildi. TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesi öncesi ve sonrası her bir kompozit resinin yüzey morfolojisi SEM ile değerlendirildi. TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz ve ilaveli toplam 150 adet kompozit rezin diskin, 1., 7., 14. ve 21.günlerdeki su Emilimi ve suda çözünürlük testleri, ISO 4049:2009 standartları baz alınarak tamamlandı. İstatistiksel değerlendirme amacıyla Friedman Test, Kruskal-Wallis H Testi ve Mann-Whitney U Testi kullanıldı (p <0.05).

Fonksiyonlaştırılmış TiO<sub>2</sub> nanotüplerin SEM analizi sonucunda; uzun silindirik şekilli, belirgin ağ şeklinde, 41,09-72,49 nm çaplı tübüler yapılar gözlemlendi. FTIR analizi ile metakrilik asidin TiO<sub>2</sub> nanotüplere başarılı bir şekilde bağlandığı tespit edildi. Fonksiyonlaştırılmış TiO<sub>2</sub> nanotüplerin kompozit resinlere ilavesi sonrası, kompozit resinlerin SEM analizi sonucunda, TiO<sub>2</sub> nanotüp içeren kompozit resinler arasında yüzey özellikleri açısından belirgin bir farklılık tespit edilmedi ve bir araya gelme eğilimi olan nanopartiküllerde kümeleşmeler gözlenmedi. TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit resinlerin kendi içlerinde zamana bağlı su Emilimi değerlerinde matematiksel bir azalma gözlenirse de sadece Filtek Ultimate Flowable akışkan kompozit ve SDR akışkan bulk-fill kompozit resinin kendi içlerindeki su Emilimi değerleri arasında fark gözlemlendi (p <0.05). Bununla birlikte TiO<sub>2</sub> nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit resinlerin kendi içlerinde zamana bağlı su Emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmedi (p >0.05). TiO<sub>2</sub> nanotüp ilavesiz tüm kompozit resinlerin her bir güne ait su Emilimi değerleri birbiri ile karşılaştırıldığında kompozit resinlerin su Emilimi değerleri arasında fark gözlenmedi (p >0.05). TiO<sub>2</sub>



nanotüp ilaveli tüm kompozit rezinlerin her bir güne ait su emilimi değerleri birbiri ile karşılaştırıldığında ise, su emilimi değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık, 7. ve 21. günlerde gözlemlendi ve Venus akışkan bulk-fill kompozit rezininin istatistiksel olarak en yüksek su emilimi değeri gösterdiği belirlendi ( $p < 0.05$ ).  $TiO_2$  nanotüp ilavesiz ve ilaveli tüm kompozit rezinlerin her bir güne ait su emilimi değerleri hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırıldığında;  $TiO_2$  nanotüp ilaveli Venus akışkan bulk-fill kompozit rezin haricindeki tüm kompozit rezinler,  $TiO_2$  nanotüp ilavesiz Venus akışkan bulk-fill kompozit rezin haricindeki tüm kompozit rezinlere göre 1., 7., 14. ve 21.günlerde istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük su emilimi değeri gösterdi ( $p < 0.05$ ).

Çalışmada kullanılan  $TiO_2$  nanotüp ilavesiz akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin suda çözünürlük değerlerinin zamana bağlı değişimlerinde, matematiksel bir artış gözlenmesi de istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlemlendi ( $p < 0.05$ ). Bununla birlikte  $TiO_2$  nanotüp ilaveli akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlerin zamana bağlı suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık sadece SDR ve Venus akışkan bulk-fill kompozit rezinlerinde gözlemlendi ( $p > 0.05$ ).  $TiO_2$  nanotüp ilavesiz tüm kompozit rezinlerin her bir güne ait suda çözünürlük değerleri birbiri ile karşılaştırıldığında, X-tra Base akışkan bulk-fill kompozit rezini, Filtek Ultimate Flow akışkan kompozit rezinine göre 7., 14. ve 21.günlerde istatistiksel olarak anlamlı derecede daha düşük suda çözünürlük değeri gösterdi ( $p < 0.05$ ).  $TiO_2$  nanotüp ilaveli tüm kompozit rezinlerin her bir güne ait suda çözünürlük değerleri birbiri ile karşılaştırıldığında, suda çözünürlük değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık, 7., 14. ve 21. günlerde gözlemlendi ve Venus akışkan bulk-fill kompozit rezininin, istatistiksel olarak en yüksek suda çözünürlük değeri gösterdiği tespit edildi ( $p < 0.05$ ).  $TiO_2$  nanotüp ilavesiz ve ilaveli tüm kompozit rezinlerin her bir güne ait suda çözünürlük değerleri, hem kendi içinde hem de birbirleri ile karşılaştırıldığında;  $TiO_2$  nanotüp ilaveli Filtek Ultimate Flowable, Filtek Bulk Fill Flowable ve SDR Flowable kompozit rezinler,  $TiO_2$  nanotüp ilavesiz Filtek Ultimate Flowable, Filtek Bulk Fill Flowable ve SDR Flowable kompozit rezinlerine göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük suda çözünürlük değeri gösterdi ( $p < 0.05$ ).

Bu çalışmanın sınırları içerisinde,  $TiO_2$  nanotüplerin akışkan kompozit ve akışkan bulk-fill kompozit rezinlere ilave edilmesinin; tüm kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlük değerlerini azalttığı sonucuna varılabilir.

**Anahtar Kelimeler:** Titanyum dioksit, nanotüp, akışkan kompozit, emilim, çözünürlük, Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi

## ABSTRACT

### **Effect of Titanium Dioxide (TiO<sub>2</sub>) Nanotubes on Water Sorption and Water Solubility Properties of Low Viscosity Bulk Fill Flowable Composite Resins**

The aim of this *in-vitro* study is to investigate the effects of 1% titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) nanotube addition on the water sorption and water solubility values of four different flowable bulk-fill composites and one flowable composite resin.

In this study; TiO<sub>2</sub> powder in 13 nm diameter and in anatase form was used. TiO<sub>2</sub> nanotubes from TiO<sub>2</sub> powder were synthesized by hydrothermal method. Methacrylic acid was used to functionalize the synthesized TiO<sub>2</sub> nanotubes. Characterization of TiO<sub>2</sub> nanotubes; was performed by Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Distribution Spectrometer (EDS), X-Ray Diffraction Diffractometer (XRD) and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). A flowable composite resin (Filtek Ultimate Flowable, 3M) and four different flowable bulk-fill composite resins (Filtek Bulk Fill Flowable, 3M; Surefil SDR Flowable, Dentsply; Venus Bulk Fill Flowable, Heraeus Kulzer; X-tra Base Flow, Voco) were used in study. Disc shaped specimens, 8 mm in diameter and 2 mm in thickness, were prepared to evaluate the water sorption and water solubility values of composite resins. Thirty samples from each composite resin group were divided into 2 subgroups. 1% functionalized TiO<sub>2</sub> nanotubes to be included to the 15 samples in each subgroup were added to the composite resins by the spatulation method. Surface morphology of each composite resin was evaluated by SEM before and after the addition of TiO<sub>2</sub> nanotubes. Water sorption and water solubility tests of 150 composite resin discs with and without TiO<sub>2</sub> nanotubes, on the 1st, 7th, 14th and 21st days were completed based on ISO 4049: 2009 standards. Friedman Test, Kruskal-Wallis H Test and Mann-Whitney U Test were used for statistical evaluation ( $p < 0.05$ ).

As a result of SEM analysis of functionalized TiO<sub>2</sub> nanotubes; long cylindrical tubular structures with a diameter of 41.09-72.49 nm were observed. FTIR analysis showed that methacrylic acid was successfully bound to TiO<sub>2</sub> nanotubes. After the addition of functionalized TiO<sub>2</sub> nanotubes to composite resins, SEM analysis of the composite resins showed no significant differences in the surface properties of the TiO<sub>2</sub> nanotube added composite resins and no clustering of the nanoparticles with a tendency to come together was observed. Although a mathematical decrease was observed in the time-dependent water-sorption values of TiO<sub>2</sub> nanotube-free flowable and flowable bulk-fill composite resins, a difference was determined only in the water-sorption values of Filtek Ultimate Flowable composite and the SDR flowable bulk-fill composite resin within themselves ( $p < 0.05$ ). However, no statistically significant difference was observed between the time-dependent water sorption values of TiO<sub>2</sub> nanotube added flowable composite and flowable bulk-fill composite resins ( $p > 0.05$ ). When water sorption values of all TiO<sub>2</sub> nanotube free composite resins for each day were compared with each other, there was no difference between the water sorption values of composite resins ( $p > 0.05$ ). When water sorption values of all TiO<sub>2</sub> nanotube added composite resins for

each day were compared with each other the statistically significant difference between water sorption values was observed on the 7th and 21st days and Venus flowable bulk-fill composite resin showed statistically the highest water sorption value ( $p < 0.05$ ). When the water sorption values of all TiO<sub>2</sub> nanotube free and TiO<sub>2</sub> nanotube added composite resins, for each day compared with each other and within themselves; all composite resins except TiO<sub>2</sub> nanotube added Venus flowable bulk-fill composite resin showed statistically significant lower water sorption values on the 1st, 7th, 14th and 21st days than all composite resins except the TiO<sub>2</sub> nanotube-free Venus flowable bulk-fill composite resin ( $p < 0.05$ ).

Although no mathematical increase in the time-dependent changes of the water solubility values of the TiO<sub>2</sub> nanotube free flowable composite and flowable bulk-fill composite resins used in the study was observed, a statistically significant difference was observed between these values ( $p < 0.05$ ). However, a statistically significant difference was observed only in the time-dependent water solubility values of SDR and Venus flowable bulk-fill composite resins within themselves among the TiO<sub>2</sub> nanotube added flowable composite and flowable bulk-fill composite resins. ( $p > 0.05$ ). When water solubility values of all TiO<sub>2</sub> nanotube free composite resins for each day were compared with each other, X-tra Base flowable bulk-fill composite resin showed statistically significant lower water solubility values than Filtek Ultimate Flow flowable composite resin on the 7th, 14th and 21st days ( $p < 0.05$ ). When the water solubility values of TiO<sub>2</sub> nanotube added composite resins for each day were compared with each other, statistically significant difference was determined on 7th, 14th and 21st days and Venus flowable bulk-fill composite resin showed the statistically highest water solubility values ( $p < 0.05$ ). When the water solubility values of all TiO<sub>2</sub> nanotubes free and TiO<sub>2</sub> nanotube added composite resins for each day compared with each other and within themselves; TiO<sub>2</sub> nanotube added Filtek Ultimate Flowable, Filtek Bulk Fill Flowable and SDR flowable composite resins showed statistically significant lower water solubility values than TiO<sub>2</sub> nanotubes free Filtek Ultimate Flowable, Filtek Bulk Fill Flowable and SDR flowable composite resins ( $p < 0.05$ ).

Within the limitations of this study, it can be concluded that the addition of TiO<sub>2</sub> nanotubes to flowable composite and flowable bulk-fill composite resins reduced the water absorption and water solubility values of all composite resins.

**Key Words:** Titanium dioxide, nanotube, flowable composite, sorption, solubility, Fourier Transform Infrared Spectroscopy

## KAYNAKLAR

1. Sakaguchi RL, Ferracane J, Powers JM. Craig's restorative dental materials-e-book: Elsevier Health Sciences. 2018.
2. Kamalak H, Altin S, Canbay Ca. Diş hekimliğinde sıklıkla kullanılan bulk-fill akıcı kompozit materyallerinin yüzey pörozitesinin değerlendirilmesi. Fırat Üniversitesi Sağlık Bilimleri Tıp Dergisi. 2017;31(3):121 -126.
3. Badawy R, Aboalazm E. Microhardness of two bulk-fill resin composites. Dental Journal. 2015;61(5573):5582.
4. Czasch P, Ilie N. In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites. Clinical Oral Investigations. 2013;17(1):227-35.
5. Ilie N, Bucuta S, Draenert M. Bulk-fill resin-based composites: an in vitro assessment of their mechanical performance. Operative Dentistry. 2013;38(6):618-25.
6. Chesterman J, Jowett A, Gallacher A, Nixon P. Bulk-fill resin-based composite restorative materials: a review. British Dental Journal. 2017;222(5):337.
7. Øysæd H, Ruyter IE. Composites for use in posterior teeth: Mechanical properties tested under dry and wet conditions. Journal of Biomedical Materials Research. 1986;20(2):261-71.
8. Curtis A, Shortall A, Marquis P, Palin W. Water uptake and strength characteristics of a nanofilled resin-based composite. Journal of Dentistry. 2008;36(3):186-93.
9. Chandki R, Kala M, Kumar KN, Brigit B, Banthia P, Banthia R. 'Nanodentistry': Exploring the beauty of miniature. Journal of Clinical and Experimental Dentistry. 2012;4(2):119.
10. Dafar MO, Grol MW, Canham PB, Dixon SJ, Rizkalla AS. Reinforcement of flowable dental composites with titanium dioxide nanotubes. Dental Materials. 2016;32(6):817-26.
11. Ozak ST, Ozkan P. Nanotechnology and dentistry. European Journal of Dentistry. 2013;7(1):145.
12. Freitas Jr RA. Nanodentistry. The Journal of the American Dental Association. 2000;131(11):1559-65.
13. Kanaparthi R, Kanaparthi A. The changing face of dentistry: Nanotechnology. International Journal of Nanomedicine 2011;6: 2799–2804.
14. Singh M, Singh S, Prasad S, Gambhir I. Nanotechnology in medicine and antibacterial effect of silver nanoparticles. Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures. 2008;3(3):115-22.
15. Bhardwaj A, Bhardwaj A, Misuriya A, Maroli S, Manjula S, Singh AK. Nanotechnology in dentistry: Present and future. Journal of International Oral Health. 2014; 6(1):121-126.

16. Yegin Z. Rezin esaslı dental materyallere nanopartikül ilavesinin antibakteriyel etkinliğe ve mekanik özelliklere etkisinin in vitro olarak araştırılması. Selçuk Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. 2013.
17. Stoimenov PK, Klinger RL, Marchin GL, Klabunde KJ. Metal oxide nanoparticles as bactericidal agents. *Langmuir*. 2002;18(17):6679-86.
18. Shrivastava S, Bera T, Roy A, Singh G, Ramachandrarao P, Dash D. Characterization of enhanced antibacterial effects of novel silver nanoparticles. *Nanotechnology*. 2007;18(22):225103.
19. Zhao J, Xie D. Effect of nanoparticles on wear resistance and surface hardness of a dental glass-ionomer cement. *Journal of Composite Materials*. 2009;43(23):2739-52.
20. Katircioğlu Z. Kolay ve tek seferde sulu ortamda çevreci altın, gümüş ve palladyum nano parçacıklarının sentezlenmesi. Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. 2012.
21. Oyar P. Diş hekimliğinde kullanılan nanopartiküller, kullanım alanları ve biyouyumluluk. Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi. 2014;24(1):125-133.
22. Üstüncöl Ceylan I. Titanyum dioksit nanotüplerin akışkan kompozit rezinin antibakteriyel, yüzey pürüzlülüğü, kesme bağlanma dayanıklılığı özelliklerine etkisi. Hacettepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. 2013.
23. Ren G, Hu D, Cheng EW, Vargas-Reus MA, Reip P, Allaker RP. Characterisation of copper oxide nanoparticles for antimicrobial applications. *International Journal Of Antimicrobial Agents*. 2009;33(6):587-90.
24. Allaker RP, Memarzadeh K. Nanoparticles and the control of oral infections. *International Journal Of Antimicrobial Agents*. 2014;43(2):95-104.
25. Eshed M, Lellouche J, Matalon S, Gedanken A, Banin E. Sonochemical coatings of ZnO and CuO nanoparticles inhibit *Streptococcus mutans* biofilm formation on teeth model. *Langmuir*. 2012;28(33):12288-95.
26. Azem NFA, Birlik I. Sol-jel yöntemi ile hazırlanmış ZnO nanopartiküllerin optimizasyonu. *Journal of Science and Engineering*. 2018;20(58).
27. Hojati ST, Alaghemand H, Hamze F, Babaki FA, Rajab-Nia R, Rezvani MB, et al. Antibacterial, physical and mechanical properties of flowable resin composites containing zinc oxide nanoparticles. *Dental Materials*. 2013;29(5):495-505.
28. Chen X, Mao SS. Synthesis of titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) nanomaterials. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 2006;6(4):906-25.
29. Gökgöz EE. Renklendirilmiş organik-TiO<sub>2</sub> ile kaplanmış camların yapısal, optik ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. 2010.
30. Diebold U. The surface science of titanium dioxide. *Surface Science Reports*. 2003;48(5-8):53-229.

31. Skocaj M, Filipic M, Petkovic J, Novak S. Titanium dioxide in our everyday life; is it safe? *Radiology and Oncology*. 2011;45(4):227-47.
32. Carp O, Huisman CL, Reller A. Photoinduced reactivity of titanium dioxide. *Progress in Solid State Chemistry*. 2004;32(1-2):33-177.
33. Binas V, Venieri D, Kotzias D, Kiriakidis G. Modified TiO<sub>2</sub> based photocatalysts for improved air and health quality. *Journal of Materiomics*. 2017;3(1):3-16.
34. Bhimate SJ, Kulkarni AD, Tolpadi A. Disinfection of water containing e. coli by photocatalytic route using tio2/uv/visible light source. *International Journal of Scientific Research & Management Studies*. 2014:80-7.
35. Hashimoto K. TiO<sub>2</sub> photocatalysis towards novel building materials. *Proceedings International RILEM Symposium on Photocatalysis, Environment and Construction Materials Florence, Italy*; 2007:3-8.
36. Bezir NÇ, Akkurt İ, Evcin A, Günoğlu K, Oktay A. Ce katkılanmış TiO<sub>2</sub> ince filmlerin radyasyon soğurma özelliklerinin incelenmesi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*. 2013;17(3).
37. Abamor EŞ. Gümüş (Ag) ve titanyum dioksit (TiO<sub>2</sub>) nanopartiküllerinin kütanöz leishmaniasis etkeni L. Tropica parazitleri üzerindeki antileishmanial etkilerinin incelenmesi: Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü; 2010.
38. Fischer K, Gawel A, Rosen D, Krause M, Abdul Latif A, Griebel J, et al. Low-temperature synthesis of anatase/rutile/brookite TiO<sub>2</sub> nanoparticles on a polymer membrane for photocatalysis. *Catalysts*. 2017;7(7):209.
39. Kaplan R, Erjavec B, Dražić G, Grdadolnik J, Pintar A. Simple synthesis of anatase/rutile/brookite TiO<sub>2</sub> nanocomposite with superior mineralization potential for photocatalytic degradation of water pollutants. *Applied Catalysis B: Environmental*. 2016;181:465-74.
40. Hanaor DA, Sorrell CC. Review of the anatase to rutile phase transformation. *Journal of Materials Science*. 2011;46(4):855-74.
41. Austin RH, Lim SF. The Sackler colloquium on promises and perils in nanotechnology for medicine. *Proceedings of the National Academy of Sciences*. 2008;105(45):17217-21.
42. Hu Y, Tsai H-L, Huang C-L. Effect of brookite phase on the anatase–rutile transition in titania nanoparticles. *Journal of the European Ceramic Society*. 2003;23(5):691-6.
43. Malekshahi Byranvand M, Nemati Kharat A, Fatholahi L, Malekshahi Beiranvand Z. A review on synthesis of nano-TiO<sub>2</sub> via different methods. *Journal of Nanostructures*. 2013;3(1):1-9.
44. Dambournet D, Belharouak I, Amine K. Tailored preparation methods of TiO<sub>2</sub> anatase, rutile, brookite: Mechanism of formation and electrochemical properties. *Chemistry of Materials*. 2009;22(3):1173-9.

45. Cao G, Liu D. Template-based synthesis of nanorod, nanowire, and nanotube arrays. *Advances in Colloid and Interface Science*. 2008;136(1-2):45-64.
46. Ateş H. Nano parçacıklar ve nano teller. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*. 3(1):437-42.
47. Süslü A. Elektro-eğirme yöntemi ile nanofiber ve nanotüp üretimi: Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü; 2009.
48. Öztürk T. Production and characterization of TiO<sub>2</sub> nanotubes on CP titanium surface. *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*. 2012.
49. Pehlivan N, Karacaer Ö. Diş hekimliğinde kullanılan kompozit rezinlerin güçlendirilmesi. *Acta Odontologica Turcica*. 2014;31(3):160-6.
50. Khaled S, Miron RJ, Hamilton DW, Charpentier PA, Rizkalla AS. Reinforcement of resin based cement with titania nanotubes. *Dental Materials*. 2010;26(2):169-78.
51. Chen X, Mao SS. Titanium dioxide nanomaterials: Synthesis, properties, modifications, and applications. *Chemical Reviews*. 2007;107(7):2891-959.
52. Znaidi L. Sol-gel-deposited ZnO thin films: A review. *Materials Science and Engineering: B*. 2010;174(1-3):18-30.
53. Aurobind S, Amirthalingam K, Gomathi H. Sol-gel based surface modification of electrodes for electro analysis. *Advances in Colloid and Interface Science*. 2006;121(1-3):1-7.
54. Toygun Ş, Köneçoğlu G, Kalpaklı Y. General principles of sol-gel. *Sigma: Journal of Engineering & Natural Sciences*. 2013;31(4).
55. Sōmiya S, Roy R. Hydrothermal synthesis of fine oxide powders. *Bulletin of Materials Science*. 2000;23(6):453-60.
56. Zhao Z, Tian J, Sang Y, Cabot A, Liu H. Structure, synthesis, and applications of TiO<sub>2</sub> nanobelts. *Advanced Materials*. 2015;27(16):2557-82.
57. Bavykin DV, Parmon VN, Lapkin AA, Walsh FC. The effect of hydrothermal conditions on the mesoporous structure of TiO<sub>2</sub> nanotubes. *Journal of Materials Chemistry*. 2004;14(22):3370-7.
58. Liu N, Chen X, Zhang J, Schwank JW. A review on TiO<sub>2</sub>-based nanotubes synthesized via hydrothermal method: Formation mechanism, structure modification, and photocatalytic applications. *Catalysis Today*. 2014;225:34-51.
59. Demazeau G. Solvothermal reactions: an original route for the synthesis of novel materials. *Journal of Materials Science*. 2008;43(7):2104-14.
60. Kolan A. Antibakteriyel özelliği geliştirilmiş yeni bir nano-biyomalzemenin hazırlanması ve karakterizasyonu: İstanbul Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. 2015.
61. Büken B, Üner HB, Çetinkaya Ü, Çağdır AS, Kırangil ŞB. Adli tıpta taramalı elektron mikroskopu uygulamaları. *The Bulletin of Legal Medicine*. 2001;6(1):23-31.

62. Kapakin KAT. Scanning-elektron mikroskobu. Yüzüncü Yıl Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi.17(1):55-8.
63. Bezir NÇ, Evcin A, Oktay A. Bor katkılı TiO<sub>2</sub> nanofiberlerin üretim ve karakterizasyonu. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi. 2014;14(3):307-310.
64. Tekin T, Tekin D, Kiziltaş H. TiO<sub>2</sub> ve AgS katkılı TiO<sub>2</sub> nanotüp fotokatalizörlerinin sentezlenmesi ve karakterizasyonu. Çukurova Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi.31(2):181-6.
65. Macak JM, Tsuchiya H, Ghicov A, Yasuda K, Hahn R, Bauer S, et al. TiO<sub>2</sub> nanotubes: Self-organized electrochemical formation, properties and applications. Current Opinion in Solid State and Materials Science. 2007;11(1-2):3-18.
66. Shivaram A, Bose S, Bandyopadhyay A. Mechanical degradation of TiO<sub>2</sub> nanotubes with and without nanoparticulate silver coating. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. 2016;59:508-18.
67. Bansal RC, Goyal M. Activated carbon adsorption: Taylor&Francis Group. 2005.
68. Cullity BD, Stock SR. Elements of X-ray Diffraction: Pearson Education. 2014.
69. Bulun G. 3d-geçiş metali Ni katkılı Zn<sub>1-x</sub>Ni<sub>x</sub>O ve 4f-Lântanit Gd katkılı Zn<sub>1-x</sub>Gd<sub>x</sub>O bileşiklerinin yapısal ve manyetik özellikleri. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı. 2010.
70. Choy J-H, Lee H-C, Jung H, Hwang S-J. A novel synthetic route to TiO<sub>2</sub>-pillared layered titanate with enhanced photocatalytic activity. Journal of Materials Chemistry. 2001;11(9):2232-4.
71. Ferenczi A, Demri B, Moritz M, Muster D. Casted titanium for dental applications: an XPS and SEM study. Biomaterials. 1998;19(16):1513-5.
72. Lyman CE, Newbury DE, Goldstein J, Williams DB, Romig Jr AD, Armstrong J, et al. Scanning electron microscopy, X-ray microanalysis, and analytical electron microscopy: a laboratory workbook: Springer Science & Business Media. 2012.
73. Alivov Y, Singh V, Ding Y, Cerkovnik LJ, Nagpal P. Doping of wide-bandgap titanium-dioxide nanotubes: Optical, electronic and magnetic properties. Nanoscale. 2014;6(18):10839-49.
74. Chernozem RV, Surmeneva MA, Surmenev RA, editors. Influence of anodization time and voltage on the parameters of TiO<sub>2</sub> nanotubes. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2016.
75. Nischk M, Mazierski P, Wei Z, Siuzdak K, Kouame NA, Kowalska E, et al. Enhanced photocatalytic, electrochemical and photoelectrochemical properties of TiO<sub>2</sub> nanotubes arrays modified with Cu, AgCu and Bi nanoparticles obtained via radiolytic reduction. Applied Surface Science. 2016;387:89-102.



76. Movasaghi Z, Rehman S, ur Rehman DI. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy of biological tissues. *Applied Spectroscopy Reviews*. 2008;43(2):134-79.
77. Büyüksırt T, Kuleaşan H. Fourier dönüşümlü kızılötesi (FTIR) spektroskopisi ve gıda analizlerinde kullanımı. *Gıda Dergisi*. 2014;39(4).
78. Abdurazık D. Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) analysis of silicon carbide nanowires. *İstanbul Şehir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*. 2016.
79. Sun J, Forster AM, Johnson PM, Eidelman N, Quinn G, Schumacher G, et al. Improving performance of dental resins by adding titanium dioxide nanoparticles. *Dental Materials*. 2011;27(10):972-82.
80. Chen M-H. Update on dental nanocomposites. *Journal of Dental Research*. 2010;89(6):549-60.
81. Zimmerli B, Strub M, Jeger F, Stadler O, Lussi A. Composite materials: composition, properties and clinical applications. A literature review. *Swiss Dental Journal*. 2010;120(11):972-86.
82. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: The monomer systems. *European journal of Oral Sciences*. 1997;105(2):97-116.
83. Khatri CA, Stansbury JW, Schultheisz CR, Antonucci JM. Synthesis, characterization and evaluation of urethane derivatives of Bis-GMA. *Dental Materials*. 2003;19(7):584-8.
84. Tiba A. Development of dental restorative materials based on visible light-cured multi-methacrylates: The Ohio State University; 1998.
85. Aschheim KW. *Esthetic dentistry-e-book: A clinical approach to techniques and materials*: Elsevier Health Sciences; 2014.
86. Gajewski VE, Pfeifer CS, Fróes-Salgado NR, Boaro LC, Braga RR. Monomers used in resin composites: Degree of conversion, mechanical properties and water sorption/solubility. *Brazilian Dental Journal*. 2012;23(5):508-14.
87. Ehrnford L. Composite resins with a condensable inorganic phase. *Journal of Dental Research*. 1981;60(10):1759-66.
88. Ünlü N, Çetin AR. Kompozit rezin materyallerin içeriklerindeki yeni gelişmeler. *Türkiye Klinikleri Journal of Dental Sciences*. 2008;14(3):156-67.
89. Dayangaç B. *Kompozit rezin restorasyonlar*: Güneş Kitabevi; 2000. Ankara.
90. Lung CYK, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dental Materials*. 2012;28(5):467-77.
91. Hickel R, Dasch W, Janda R, Tyas M, Anusavice K. New direct restorative materials. *International Dental Journal*. 1998;48(1):3-16.
92. Vouvoudi EC, Sideridou ID. Dental light-cured polymer nanocomposites: a brief review of experimental results obtained from the study of some physicochemical properties. *Journal of Composites and Biodegradable Polymers*. 2014;2:46-55.

93. Kam Ö. Polimerizasyon bzlmesi dk kompozit rezinlerin mikrosuzintı ve kenar uyumu aısından in vitro olarak deęerlendirilmesi. Sleyman Demirel niversitesi Tıp Fakltesi. 2010.
94. Ikemura K, Endo T. A review of the development of radical photopolymerization initiators used for designing light-curing dental adhesives and resin composites. *Dental Materials Journal*. 2010;29(5):481-501.
95. Ferracane JL. Current trends in dental composites. *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine*. 1995;6(4):302-18.
96. Santini A, Gallegos IT, Felix CM. Photoinitiators in dentistry: a review. *Primary Dental Journal*. 2013;2(4):30-3.
97. Khaled AKN. Physical properties of dental resin nanocomposites: University of Manchester; 2012.
98. Willems G, Lambrechts P, Braem M, Vanherle G. Composite resins in the 21st century. *Quintessence International*. 1993;24(9).
99. Baum L, Phillips RW, Lund MR. Textbook of operative dentistry: WB Saunders Company. 1985. Philadelphia.
100. Altun C. Kompozit dolgu materyallerinde son gelimeler. *Glhane Tıp Dergisi*. 2005;47(1):77-82.
101. Sturdevant C, Roberson T, Haymann H, Sturdevant J. The art and science of operative dentistry: Mosby. 2000. St.Louis.
102. Demirkprl H, Yılmaz H, Turhan DB, Hrmzl F. Grnr ıık cihazlarının ıık Őiddetlerinin tespiti ve deęerlendirilmesi. *Cumhuriyet niversitesi DiŐhekimlięi Fakltesi Dergisi*. 1999;2(1):37-41.
103. Lutz F, Phillips RW. A classification and evaluation of composite resin systems. *Journal of Prosthetic Dentistry*. 1983;50(4):480-8.
104. Bayne SC, Heymann HO, Swift JE. Update on dental composite restorations. *Journal of the American Dental Association*. 1994;125(6):687-701.
105. Burgess J, Walker R, Davidson J. Posterior resin-based composite: Review of the literature. *Pediatric Dentistry*. 2002;24(5):465-79.
106. Puckett AD, Fitchie JG, Kirk PC, Gamblin J. Direct composite restorative materials. *Dental Clinics of North America*. 2007;51(3):659-75.
107. Lindberg A. Resin composites: sandwich restorations and curing techniques. Umeå University Faculty of Medicine Department of Dental Hygienist Education. 2005. Umeå.
108. Bagby M, Gladwin M. Clinical aspects of dental materials: theory, practice, and cases: Wolters Kluwer Business. 2009. Baltimore.
109. Garcıa AH, Lozano MAM, Vila JC, Escribano AB, Galve PF. Composite resins. A review of the materials and clinical indications. *Medicina Oral Patologia Oral y Cirugia Bucal*. 2006;11(2):215-20.
110. Jung M, Sehr K, Klimek J. Surface texture of four nanofilled and one hybrid composite after finishing. *Operative Dentistry*. 2007;32(1):45-52.

111. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *The Journal of the American Dental Association*. 2003;134(10):1382-90.
112. Ure D, Harris J. Nanotechnology in dentistry: reduction to practice. *Dental Update*. 2003;30(1):10-5.
113. O'Brien WJ. *Dental materials and their selection*. 2002. Hanover Park, Illinois.
114. Manhart J, Kunzelmann K-H, Chen H, Hickel R. Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins. *Dental Materials*. 2000;16(1):33-40.
115. Baroudi K, Rodrigues JC. Flowable resin composites: A systematic review and clinical considerations. *Journal of Clinical and Diagnostic Research*. 2015;9(6):18-24.
116. Yildirim D, Ermis RB, Gormez O, Yildiz G. Comparison of radiopacities of different flowable resin composites. *Journal of Oral and Maxillofacial Radiology*. 2014;2(1):21.
117. Türkün LŞ. Dünden bugüne kompozit rezinler. *Gülşa Diş Hekimliği Dergisi*. 2015;1:14-22.
118. Abbas G, Fleming G, Harrington E, Shortall A, Burke F. Cuspal movement and microleakage in premolar teeth restored with a packable composite cured in bulk or in increments. *Journal of Dentistry*. 2003;31(6):437-44.
119. Garcia D, Yaman P, Dennison J, Neiva G. Polymerization shrinkage and depth of cure of bulk fill flowable composite resins. *Operative Dentistry*. 2014;39(4):441-8.
120. Van Ende A, De Munck J, Lise DP, Van Meerbeek B. Bulk-fill composites: A review of the current literature. *Journal of Adhesive Dentistry*. 2017;19(2):95-109.
121. Benetti AR, Havndrup-Pedersen C, Honoré D, Pedersen MK, Pallesen U. Bulk-fill resin composites: polymerization contraction, depth of cure, and gap formation. *Operative Dentistry*. 2015;40(2):190-200.
122. Gupta R, Tomer AK, Kumari A, Mullick S, Dubey S. Bulk-fill flowable composite resins—a review. *International Journal of Applied Dental Sciences*. 2017;3(2):38-40.
123. Kelić K, Matić S, Marović D, Klarić E, Tarle Z. Microhardness of bulk-fill composite materials. *Acta clinica Croatica*. 2016;55(4):607-14.
124. Lenhard M. Bulk-fill-komposite-der schnelle weg zur restauration. *Quintessenz*. 2015;66(8):879-95.
125. Hirata R, Kabbach W, De Andrade OS, Bonfante EA, Giannini M, Coelho PG. Bulk fill composites: an anatomic sculpting technique. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*. 2015;27(6):335-43.

126. Arslan S, Demirbuğa S, Çayabatmaz M, Üstün Y. Geleneksel ve yeni nesil akışkan kompozit rezinlerin mikromakaslama bağlanma dayanımlarının değerlendirilmesi. *Türkiye Klinikleri Journal of Dental Sciences*. 2013;19(3):185-92.
127. Jang J, Park S, Hwang I. Polymerization shrinkage and depth of cure of bulk-fill resin composites and highly filled flowable resin. *Operative Dentistry*. 2015;40(2):172-80.
128. Maia RR, Reis RS, Moro AF, Perez CR, Pessôa BM, Dias KR. Properties evaluation of silorane, low-shrinkage, non-flowable and flowable resin-based composites in dentistry. *PeerJ*. 2015;3:864.
129. Lee Y-K. Influence of filler on the difference between the transmitted and reflected colors of experimental resin composites. *Dental Materials*. 2008;24(9):1243-7.
130. Asaro R, Lubarda V. *Mechanics of solids and materials*. Cambridge University Press. 2006. San Diego.
131. Şeberol H. Saklama ortamı ve zamanının kompozit materyallerinin su emilimi ve çözünürlük özellikleri üzerine etkisinin değerlendirilmesi. Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü. 2013.
132. Yılmaz B, Gökay O. Farklı üç restoratif dolgu materyalinin su emilimi ve suda çözünürlük değerleri: İn vitro çalışma. *Türkiye Klinikleri Journal of Dental Sciences*. 1999;5(1):60-5.
133. Giannini M, Di Francescantonio M, Pacheco R, Boaro LC, Braga R. Characterization of water sorption, solubility, and roughness of silorane-and methacrylate-based composite resins. *Operative Dentistry*. 2014;39(3):264-72.
134. Venz S, Dickens B. NIR-spectroscopic investigation of water sorption characteristics of dental resins and composites. *Journal of Biomedical Materials Research*. 1991;25(10):1231-48.
135. Bulucu B, Sevilmiş HH, Uğur İ. Kompozit rezinlerde farklı yüzey bitirme işlemlerinin su emilimi üzerine etkileri. *Ondokuz Mayıs Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*. 2004;5(2):75-79.
136. Bektaş Ö, Eren D, Hürmüzlü F. Farklı iki kompozit rezinin su emilimi yönünden karşılaştırılması. *Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*. 2006;9:95-100.
137. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dental Materials*. 2009;25(3):392-9.
138. Ferracane J, Antonio R, Matsumoto H. Variables affecting the fracture toughness of dental composites. *Journal of Dental Research*. 1987;66(6):1140-5.
139. Øysæd H, Ruyter I. Water sorption and filler characteristics of composites for use in posterior teeth. *Journal of Dental Research*. 1986;65(11):1315-8.

140. Al-Towairqi W, Hamouda I. Effect of instrument lubricant on water sorption and solubility of incrementally applied nanofilled resin composite. *Journal of Nanotechnology, Nanomedicine and Nanobiotechnology*. 2017;4:019.
141. Berger SB, Palialol ARM, Cavalli V, Giannini M. Characterization of water sorption, solubility and filler particles of light-cured composite resins. *Brazilian Dental Journal*. 2009;20(4):314-8.
142. Yap A, Lee C. Water sorption and solubility of resin-modified polyalkenoate cements. *Journal of Oral Rehabilitation*. 1997;24(4):310-4.
143. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1998;80(3):280-301.
144. Müller JA, Rohr N, Fischer J. Evaluation of ISO 4049: Water sorption and water solubility of resin cements. *European Journal of Oral Sciences*. 2017;125(2):141-50.
145. Standard I. ISO 4049 polymer based filling, restorative and luting materials. International Organization for Standardization. 2000;1:27.
146. Kürkcüoğlu I, Koroğlu A, Özkır SE, Ateş M. Nanoteknoloji kavramı ve diş hekimliğindeki uygulamaları. *Süleyman Demirel Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Dergisi*. 2014;5(2):77-80.
147. Akasaka T, Nakata K, Uo M, Watari F. Modification of the dentin surface by using carbon nanotubes. *Bio-medical Materials and Engineering*. 2009;19(2-3):179-85.
148. Emerich DF, Thanos CG. Nanotechnology and medicine. *Expert Opinion on Biological Therapy*. 2003;3(4):655-63.
149. Boisseau P, Loubaton B. Nanomedicine, nanotechnology in medicine. *Comptes Rendus Physique*. 2011;12(7):620-36.
150. Rybachuk AV, Chekman IS, Nebesna TY. Nanotechnology and nanoparticles in dentistry. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. 2009;1(18):18-21.
151. Liu Y, Tan Y, Lei T, Xiang Q, Han Y, Huang B. Effect of porous glass-ceramic fillers on mechanical properties of light-cured dental resin composites. *Dental Materials*. 2009;25(6):709-15.
152. Kawashita M, Tsuneyama S, Miyaji F, Kokubo T, Kozuka H, Yamamoto K. Antibacterial silver-containing silica glass prepared by sol-gel method. *Biomaterials*. 2000;21(4):393-8.
153. Salman TA, Khalaf HA. The influence of adding of modified ZrO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> nanoparticles on certain physical and mechanical properties of heat polymerized acrylic resin. *Journal of Baghdad College of Dentistry*. 2015;325(2221):1-15.
154. Tolou NB, Fathi M, Monshi A, Mortazavi V, Shirani F, Mohammadi M. The effect of adding TiO<sub>2</sub> nanoparticles on dental amalgam properties. *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*. 2013;10(2):46-56.

155. Ai M, Du Z, Zhu S, Geng H, Zhang X, Cai Q, et al. Composite resin reinforced with silver nanoparticles-laden hydroxyapatite nanowires for dental application. *Dental Materials*. 2017;33(1):12-22.
156. Shirkavand S, Moslehifard E. Effect of TiO<sub>2</sub> nanoparticles on tensile strength of dental acrylic resins. *Journal of Dental Research, Dental Clinics, Dental Prospects*. 2014;8(4):197.
157. Reijnders L. The release of TiO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub> nanoparticles from nanocomposites. *Polymer Degradation and Stability*. 2009;94(5):873-6.
158. Xu X, Wang Y, Liao S, Wen ZT, Fan Y. Synthesis and characterization of antibacterial dental monomers and composites. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*. 2012;100(4):1151-62.
159. Hua Y, Gu L, Watanabe H. Micromechanical analysis of nanoparticle-reinforced dental composites. *International Journal of Engineering Science*. 2013;69:69-76.
160. Martin N, Jedyakiewicz N. Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials*. 1998;19(1-3):77-83.
161. Bonilla ED, Yashar M, Caputo AA. Fracture toughness of nine flowable resin composites. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2003;89(3):261-7.
162. Attar N, Tam LE, McComb D. Flow, strength, stiffness and radiopacity of flowable resin composites. *Journal of Canadian Dental Association*. 2003;69(8):516-21.
163. Engelhardt F, Hahnel S, Preis V, Rosentritt M. Comparison of flowable bulk-fill and flowable resin-based composites: an in vitro analysis. *Clinical Oral Investigations*. 2016;20(8):2123-30.
164. Yıkılğan İ, Gürel MA, Bala O, Ömürlü H. Farklı estetik restoratif materyallerin su emilimi ve suda çözünürlüklerinin karşılaştırılması. *Gazi Üniversitesi Dış Hekimliği Fakültesi Dergisi*. 27(2):93-8.
165. Park J, Ferracane J. Water aging reverses residual stresses in hydrophilic dental composites. *Journal of Dental Research*. 2014;93(2):195-200.
166. Janda R, Roulet JF, Latta M, Rüttermann S. Water sorption and solubility of contemporary resin-based filling materials. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*. 2007;82(2):545-51.
167. Davidson C, Feilzer A. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. *Journal of Dentistry*. 1997;25(6):435-40.
168. Ilie N, Hickel R. Silorane-based dental composite: behavior and abilities. *Journal of Dental Materials*. 2006;25(3):445-54.
169. Gönüloğlu N, Bulucu N, Özböler S, Tuğba A. Gingival kenar lokasyonunun bulk-fill kompozit restorasyonlarda mikrosızıntı üzerine etkisi. *Ondokuz Mayıs Üniversitesi Dış Hekimliği Fakültesi Dergisi*. 2013;14(1):13-9.
170. El-Damanhoury H, Platt J. Polymerization shrinkage stress kinetics and related properties of bulk-fill resin composites. *Operative Dentistry*. 2014;39(4):374-82.

171. Yokesh CA, Hemalatha P, Muthalagu M, Justin MR. Comparative evaluation of the depth of cure and degree of conversion of two bulk fill flowable composites. *Journal of Clinical and Diagnostic Research*. 2017;11(8):86.
172. Yu P, Yap A, Wang X. Degree of conversion and polymerization shrinkage of bulk-fill resin-based composites. *Operative Dentistry*. 2017;42(1):82-9.
173. Guo Y, Landis FA, Wang Z, Bai D, Jiang L, Chiang MY. Polymerization stress evolution of a bulk-fill flowable composite under different compliances. *Dental Materials*. 2016;32(4):578-86.
174. Zorzini J, Maier E, Harre S, Fey T, Belli R, Lohbauer U, et al. Bulk-fill resin composites: polymerization properties and extended light curing. *Dental Materials*. 2015;31(3):293-301.
175. Arregui M, Giner L, Ferrari M, Valles M, Mercade M. Six-month color change and water sorption of 9 new-generation flowable composites in 6 staining solutions. *Brazilian Oral Research*. 2016;30(1).
176. Leal JP, da Silva JD, Leal RFM, Oliveira-Júnior CdC, Prado VLG, Vale GC. Effect of mouthwashes on solubility and sorption of restorative composites. *International Journal of Dentistry*. 2017;2017.
177. Kasuga T, Hiramatsu M, Hoson A, Sekino T, Niihara K. Formation of titanium oxide nanotube. *Langmuir*. 1998;14(12):3160-3.
178. Mohamed A, El-Sayed R, Osman T, Toprak M, Muhammed M, Uheida A. Composite nanofibers for highly efficient photocatalytic degradation of organic dyes from contaminated water. *Environmental Research*. 2016;145:18-25.
179. Fei J, Zhang C, Luo D, Cui Y, Li H, Lu Z, et al. Vertically aligned TiO<sub>2</sub> nanorods-woven carbon fiber for reinforcement of both mechanical and anti-wear properties in resin composite. *Applied Surface Science*. 2018;435:156-62.
180. Jiang Y, Li M, Chen C, Xue Z, Xie X, Zhou X, et al. Effect of elastic modulus mismatch of epoxy/titanium dioxide coated silver nanowire composites on the performance of thermal conductivity. *Composites Science and Technology*. 2018;165:206-13.
181. Panday A. Photoelectrochemical behaviour of nanostructured titanium dioxide in the presence of coherent light, for use in solar hydrogen generation. 2010. University of Nevada, Reno.
182. Oliveira WF, Arruda IR, Silva GM, Machado G, Coelho LC, Correia MT. Functionalization of titanium dioxide nanotubes with biomolecules for biomedical applications. *Materials Science and Engineering: C*. 2017;81:597-606.
183. Abdulrazzaq Naji S, Behroozibakhsh M, Jafarzadeh Kashi TS, Eslami H, Masaeli R, Mahgoli H, et al. Effects of incorporation of 2.5 and 5 wt% TiO<sub>2</sub> nanotubes on fracture toughness, flexural strength, and microhardness of denture base poly methyl methacrylate (PMMA). *The journal of Advanced Prosthodontics*. 2018;10(2):113-21.

184. Mirjalili A, Zamanian A, Hadavi SMM. The effect of TiO<sub>2</sub> nanotubes reinforcement on the mechanical properties and wear resistance of silica micro-filled dental composites. *Journal of Composite Materials*. 2018;1-12.
185. Xia Y, Zhang F, Xie H, Gu N. Nanoparticle-reinforced resin-based dental composites. *Journal of Dentistry*. 2008;36(6):450-5.
186. Lee CH, Kim KH, Jang KU, Park SJ, Choi HW. Synthesis of TiO<sub>2</sub> nanotube by hydrothermal method and application for dye-sensitized solar cell. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*. 2011;539(1):125-132.
187. Byranvand MM, Kharat AN. Synthesis of TiO<sub>2</sub> nanotubes by hydrothermal method applicable to dye sensitized solar cells. *Optoelectronics and Advanced Materials-Rapid Communications*. 2015;9(1-2):57-60.
188. Abdelaaziz MA. Synthesis of nanocomposites with nano-TiO<sub>2</sub> particles and their applications as dental materials.2012. Cape Peninsula University of Technology.
189. Perez J, Bax L, Escolano C. Roadmap report on nanoparticles. Willems & Van Den Wildenberg. 2005. Barcelona, Spain.
190. Khaled S, Sui R, Charpentier PA, Rizkalla AS. Synthesis of TiO<sub>2</sub>- PMMA nanocomposite: Using methacrylic acid as a coupling agent. *Langmuir*. 2007;23(7):3988-95.
191. Sahin D, Kapdan A, Unal M, Hurmuzlu F. Farklı yapıdaki kompozit rezin materyallerinin su emilmi ve suda çözünürlük değerlerinin karşılaştırılması. *Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*.2009;12(1):22-8.
192. Kumar N, Sangi L. Water sorption, solubility, and resultant change in strength among three resin-based dental composites. *Journal of Investigative and Clinical Dentistry*. 2014;5(2):144-50.
193. Harhash AY, ElSayad II, Zaghloul AG. A comparative in vitro study on fluoride release and water sorption of different flowable esthetic restorative materials. *European Journal of Dentistry*. 2017;11(2):174.
194. Zhang Y, Xu J. Effect of immersion in various media on the sorption, solubility, elution of unreacted monomers, and flexural properties of two model dental composite compositions. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. 2008;19(6):2477-83.
195. Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi EC. Volumetric dimensional changes of dental light-cured dimethacrylate resins after sorption of water or ethanol. *Dental Materials*. 2008;24(8):1131-6.
196. Alshali RZ, Salim NA, Satterthwaite JD, Silikas N. Long-term sorption and solubility of bulk-fill and conventional resin-composites in water and artificial saliva. *Journal of Dentistry*. 2015;43(12):1511-8.
197. Bociong K, Szczesio A, Sokolowski K, Domarecka M, Sokolowski J, Krasowski M, et al. The influence of water sorption of dental light-cured composites on shrinkage stress. *Materials*. 2017;10(10):1142.



198. Fonseca ASQ, Moreira ADL, de Albuquerque PPA, de Menezes LR, Pfeifer CS, Schneider LFJ. Effect of monomer type on the CC degree of conversion, water sorption and solubility, and color stability of model dental composites. *Dental Materials*. 2017;33(4):394-401.
199. Örtengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter I. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2001;28(12):1106-15.
200. Feilzer A, De Gee A, Davidson C. Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *Journal of Dental Research*. 1990;69(1):36-9.
201. Lopes LG, Jardim Filho AdV, Souza JBd, Rabelo D, Franco EB, Freitas GCd. Influence of pulse-delay curing on sorption and solubility of a composite resin. *Journal of Applied Oral Science*. 2009;17(1):27-31.
202. Fortin D, Vargas MA. The spectrum of composites: New techniques and materials. *The Journal of the American Dental Association*. 2000;131:26S-30S.
203. Kalachandra S. Influence of fillers on the water sorption of composites. *Dental Materials*. 1989;5(4):283-8.
204. Mirsasaani SS, Ghomi F, Hemati M, Tavasoli T. Measurement of solubility and water sorption of dental nanocomposites light cured by argon laser. *IEEE Transactions on Nanobioscience*. 2013;12(1):41-6.
205. Van Noort R, Barbour M. *Introduction to dental materials*. Elsevier Health Sciences. 2014. Sheffield.
206. Li Y, Swartz M, Phillips R, Moore B, Roberts T. Materials science effect of filler content and size on properties of composites. *Journal of Dental Research*. 1985;64(12):1396-403.
207. Sevilmiş H, Bulucu B. Adeziv materyallerin su emilimi özellikleri. *Hacettepe Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*. 2007;31(2):16-21.
208. Wei Y-j, Silikas N, Zhang Z-t, Watts DC. Diffusion and concurrent solubility of self-adhering and new resin–matrix composites during water sorption/desorption cycles. *Dental Materials*. 2011;27(2):197-205.
209. Misilli T, Gönülol N. Water sorption and solubility of bulk-fill composites polymerized with a third generation LED LCU. *Brazilian Oral Research*. 2017;31.
210. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2003;24(4):655-65.
211. Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, García-Godoy F. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials. *Journal of Dentistry*. 2003;31(1):43-50.
212. Söderholm KJ. Water sorption in a Bis-GMA/TEGDMA resin. *Journal of Biomedical Materials Research*. 1984;18(3):271-9.

213. Da Silva EM, Gonçalves L, Guimarães JGA, Poskus LT, Fellows CE. The diffusion kinetics of a nanofilled and a midfilled resin composite immersed in distilled water, artificial saliva, and lactic acid. *Clinical Oral Investigations*. 2011;15(3):393-401.
214. Fan P, Edahl A, Leung R, Stanford J. Alternative interpretations of water sorption values of composite resins. *Journal of Dental Research*. 1985;64(1):78-80.
215. Ferracane J. Elution of leachable components from composites. *Journal of Oral Rehabilitation*. 1994;21(4):441-52.
216. Göpferich A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomaterials*. 1996;17(2):103-14.
217. Park J-K, Yun D-I, Hur B, Kim H-I, Kwon YH. Influence of blue laser on water sorption and solubility of flowable resins. *Photomedicine and Laser Surgery*. 2010;28(6):779-84.
218. Duymuş ZY, Aladağ H. Kompozit rezin restoratif materyallerin emilim ve çözünürlüğünün incelenmesi. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*. 2010;20(1):19-24.
219. Palin W, Fleming G, Burke F, Marquis P, Randall R. The influence of short and medium-term water immersion on the hydrolytic stability of novel low-shrink dental composites. *Dental Materials*. 2005;21(9):852-63.
220. Kloosterboer JG. Network formation by chain crosslinking photopolymerization and its applications in electronics. *Electronic Applications*: Springer; 1988:1-61. Eindhoven.
221. Gerdolle DA, Mortier E, Jacquot B, Panighi MM. Water sorption and water solubility of current luting cements: an in vitro study. *Quintessence international*. 2008;39(3):107-114.
222. Archegas L, Caldas D, Rached RN, Vieira S, Souza EM. Sorption and solubility of composites cured with quartz-tungsten halogen and light emitting diode light-curing units. *The journal of contemporary dental practice*. 2008;9(2):73-80.
223. Mjøsund H, Wikant AW. The influence of the Bis-EMA content on the sorption and solubility of dental composite resins. 2012. Universitetet i Tromsø.

## EKLER

### Ek 1. Özgeçmiş

<b>Kişisel Bilgiler</b>			
<b>Adı:</b>	Mustafa Kutay	<b>Soyadı:</b>	Karaca
<b>Doğum Yeri:</b>	Nazilli	<b>Doğum Tarihi:</b>	01.08.1991
<b>Uyruğu</b>	T.C.	<b>Tel:</b>	05326860396
<b>E-mail:</b>	dtkutaykaraca@gmail.com		

<b>Eğitim Düzeyi</b>		
<b>Uzmanlık Eğitimi</b>	<b>Mezun Olduğu Kurum</b>	<b>Mezuniyet Yılı</b>
	Süleyman Demirel Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Restoratif Diş Tedavisi ABD	2019
<b>Lisans &amp; Yüksek Lisans</b>	Ege Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi	2014
<b>Lise</b>	İzmir Konak Anadolu Lisesi	2009

<b>Yabancı Dil</b>	
<b>İngilizce</b>	Tıpdil, 2014, Sonbahar, 83,75/100 Yökdil, 2017, İlkbahar, 60/100