



T.C.
SÜLEYMAN DEMİREL ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
DİŞ HASTALIKLARI VE TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

**BİR BASAMAKLI SELF-ETCH ADEZİV SİSTEMLERİN MİNE
VE DENTİNE BAĞLANMA ETKİNLİKLERİNİN VE
MEKANİZMASININ IN VITRO OLARAK ARAŞTIRILMASI**

Hatice ERÇETİN

DOKTORA TEZİ

DANIŞMAN

Doç. Dr. R. Banu ERMİŞ

Tez No: 27

ISPARTA-2009

KABUL VE ONAY SAYFASI

Sağlık Bilimleri Enstitü Müdürlüğüne;

Süleyman Demirel Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü

.....**Anabilim Dalı** **Programı**

Çerçevesinde yürütülmüş olan bu çalışma, aşağıdaki jüri tarafından

..... **Tezi** olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi : / /

Tez Danışmanı :

(Ünvanı, Adı Soyadı) (Üniversite) (İMZA)

Üye :

(Ünvanı, Adı Soyadı) (Üniversite) (İMZA)

Üye :

(Ünvanı, Adı Soyadı) (Üniversite) (İMZA)

Üye :

(Ünvanı, Adı Soyadı) (Üniversite) (İMZA)

Üye :

(Ünvanı, Adı Soyadı) (Üniversite) (İMZA)

ONAY : Butezi, Enstitü Yönetim Kurulunca belirlenen yukarıdaki jüri üyeleri tarafından uygun görülmüş ve kabul edilmiştir.

(İMZA)

(Ünvanı, Adı Soyadı)

Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

Tez konumun saptanmasında, arařtırmaların yürütülmesinde, laboratuvar kořullarının saęlanmasında deęerli katkılarını esirgemeyen ve bilimsel olarak yönlendiren doktora danıřmanım Doç. Dr. R. Banu Ermiř'e en içten teřekkürlerimi sunarım.

Doktora Tez Savunma Sınavı jüri üyeleri; Prof. Dr. Nimet Ünlü, Doç. Dr. Seyfettin Çakmak, Doç. Dr. Hakan Türkkahraman ve Yrd. Doç. Dr. Esra Uzer Çelik'e, düşünce, görüş ve yorumlarıyla yaptıkları katkıdan dolayı teřekkür ederim.

Süleyman Demirel Üniversitesi Diřhekimlięi Fakültesi Diř Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı'na ait bir laboratuvar ortamının oluřturulmasındaki katkılarından dolayı dekanımız Prof. Dr. F. Yeřim Bozkurt'a, laboratuvar araçlarını kullanmamız konusunda yardımcı olan Doç. Dr. Seyfettin Çakmak ve Hidayet Yıldız'a, laboratuvar kořullarından yararlanmamızı saęlayan Süleyman Demirel Üniversitesi Göller Bölgesi Teknokenti, Mühendislik Mimarlık Fakültesi Tekstil Mühendislięi Bölümü'ne ve Tıp Fakültesi Anatomi Anabilim Dalı'na içtenlikle teřekkür ederim.

1436-D-06 no'lu doktora projesini destekleyen Süleyman Demirel Üniversitesi, Bilimsel Arařtırma Projeleri Birimi'ne teřekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmasında materyallerin temin edilmesini ve çalışmanın gerçekleştirilmesini saęlayan Kuraray, Tokuyama Dental, GC ve Dentsply/De Trey firmalarına teřekkür ederim.

Doktora çalışmalarım sırasında maddi ve manevi desteęi ile her zaman yanımda olan aileme ve arkadaşlarıma sevgilerimi ve teřekkürlerimi sunarım.

Dt. Hatice Erçetin

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY SAYFASI	i
ÖNSÖZ	ii
İÇİNDEKİLER	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	5
2.1. Dış Sert Dokularına Bağlanma	5
2.1.1. Mineye Bağlanma	6
2.1.2. Dentine Bağlanma	7
2.2. Adeziv Sistemlerin Sınıflandırılması	8
2.2.1. Etch&Rinse Adeziv Sistemler	8
2.2.2. Self-Etch Adeziv Sistemler	12
2.3. Self-Etch Adeziv Sistemlerin Kimyasal Yapısı	17
2.3.1. Rezin Bileşenler	18
2.3.1.1. Self-Etching Adeziv Monomerler	18
2.3.1.2. Monofonksiyonel Monomerler	21
2.3.1.3. Çapraz Bağlayıcı Monomerler	21
2.3.2. Başlatıcı Sistemler	22
2.3.3. İnhibitörler	23
2.3.4. Çözücü	23
2.3.5. Doldurucular	24
2.3.6. Özel Bileşenler	25
3. BAĞLANMA DAYANIMININ DEĞERLENDİRİLMESİ	26
3.1. Bağlanma Dayanımı Testi	26
3.1.1. Gerilme Bağlanma Dayanımı Testi	27
3.1.2. Makaslama Bağlanma Dayanımı Testi	29
3.1.3. Push-Out Testi	30

4. GEREÇ VE YÖNTEM.....	31
4.1. Materyal Seçimi.....	31
4.2. Dişlerin Toplanması.....	31
4.3. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı	35
4.3.1. Ön Çalışma	35
4.3.2. Mine Örneklerinin Hazırlanması	35
4.3.3. Dentin Örneklerinin Hazırlanması.....	37
4.3.4. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Test Örneklerinin Hazırlanması ...	39
4.3.5. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Testi	41
4.4. Başarısızlık Tipleri.....	43
4.4.1. Işık Mikroskobu ile Değerlendirme.....	43
4.4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu ile Değerlendirme	44
4.4.2.1. Örneklerin hazırlanması.....	44
4.5. İstatistiksel Analiz.....	45
4.6. Ara Yüzey Morfolojisi.....	46
4.6.1. Mine Örneklerinin Hazırlanması	46
4.6.2. Dentin Örneklerinin Hazırlanması.....	48
4.6.3. Metalografik Polisaj.....	49
4.6.4. Taramalı Elektron Mikroskobu ile Değerlendirme	51
5. BULGULAR.....	52
5.1. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Bulguları.....	52
5.1.1. Mineye Ait Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Bulguları.....	52
5.1.2. Dentine Ait Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Bulguları	53
5.2. Başarısızlık Tipleri.....	55
5.2.1. Işık Mikroskobu ile Değerlendirme.....	55
5.2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu ile Değerlendirme	57
5.3 Ara Yüzey Morfolojisi.....	64
5.3.1. Rezin-Mine Arayüzü	64
5.3.2. Rezin-Dentin Arayüzü	71
6. TARTIŞMA VE SONUÇ	77

6.1. Test Metodolojisi	77
6.1.1. Bağlanma Dayanımı	77
6.1.2. Test Öncesi Başarısızlık	78
6.1.3. Örneklerin Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Testine Hazırlanması .	79
6.1.3.1. Diş Yüzeyi Peraparasyonu.....	79
6.1.3.2. Örneklerin Boyutu ve Bağlanma Yüzey Alanı.....	80
6.1.4. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Test Aracı	81
6.1.5. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımının Kısa Dönem Sonuçları	82
6.1.6. Ara Yüzey Morfolojisi.....	83
6.2. Adezivlerin Bağlanma Etkinliği ve Mekanizması.....	83
6.2.1. Tek Bileşenli Bir Basamaklı Self-Etch Adezivler	83
6.2.1.1. Çok Hafif Asidik Self-Etch Adezivler.....	84
6.2.1.2. Hafif Asidik Self-Etch Adezivler	86
6.2.1.3. Orta Kuvvetli Self-Etch Adezivler	91
6.2.2. İki Basamaklı Self-Etch ve Etch&Rinse Adezivler.....	93
6.3. Sonuçlar	96
7. ÖZET	99
8. SUMMARY	100
9. KAYNAKLAR	101

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

mm²: milimetrekare

MPa: megapaskal (newton/milimetrekare)

N: Newton

M: molarite

p: istatistiksel anlamlılık düzeyi

mm: milimetre

cm: santimetre

pH: bir çözeltilinin asitlik veya alkalinite derecesi

°C: santigrad derece

µm: mikrometre

mW/cm²: santimetrekare başına miliwatt olarak düşen güç yoğunluğu

sa: saat

SEM: taramalı elektron mikroskop

TEM: geçirmeli elektron mikroskop

Monomerlere ait kısaltmalar

HEMA: hidroksi etil metakrilat

4-MET: 4-metakriloksietil trimellitik asit

10-MDP: 10-metakriloksidetil dihidrojen fosfat

GDMP: gliserol dimetakrilat ester

BisGMA: bisfenol A diglisidil metakrilat

MEP-P: metakriloksietil fenil hidrojen fosfat

MPP: metakriloksipropil dihidrojen fosfat

MEP: metakriloksietil dihidrojen fosfat

PENTA-P: dipentaeritrolpentaakrilol dihidrojen fosfat

4-META: 4-metakriloksietil trimellitit anhidrit

MAC-10: metakriloksialkil asit fosfat

HPMA: 2-hidroksipropil metakrilat

HPPMA: 2-hidroksi-3-fenoksipropil metakrilat

UDMA: üretan dimetakrilat

GDMA: gliserol dimetakrilat

TEGDMA: trietilen glikol dimetakrilat

MDPB: 12-metakriloksidodesilpiridinyum bromit

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. Hassas kesme cihazı ve elmas kesme diski.....	36
Şekil 2. Hassas kesme cihazında dentin örneklerinin hazırlanması	38
Şekil 3. Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi için mine örneklerinin hazırlanması	39
Şekil 4. Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi için dentin örneklerinin hazırlanması	40
Şekil 5. Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi için hazırlanmış örnekler	40
Şekil 6. Test aracına sabitlenmiş örnek	41
Şekil 7. Mikrogerilme bağlanma dayanımı test cihazı	42
Şekil 8. Stereomikroskop.....	44
Şekil 9. Numune tutucuya yerleştirilmiş ve vakumlu desikatörde bekletilen örnekler	46
Şekil 10. Taramalı elektron mikroskobu	47
Şekil 11. Aşındırma ve metalografik polisaj cihazı	50
Şekil 12. Adeziv sistemlerin mine ve dentindeki ortalama mikrogerilme bağlanma dayanımları.....	55
Şekil 13. Mineye ve dentine ait kopma tipleri.....	57
Şekil 14. Clearfil S ³ 'e ait adeziv kopma tipleri.	58
Şekil 15. Bond Force'a ait adezivde koheziv ve adeziv kopma tipleri.	59
Şekil 16. G-Bond'a ait adeziv ve karışık kopma tipleri.	60
Şekil 17. Xeno V'e ait adeziv kopma tipleri.	61
Şekil 18. Clearfil SE'ye ait minede koheziv ve adeziv kopma tipleri.....	62
Şekil 19. One-Step'e ait adeziv kopma tipleri.....	63
Şekil 20. Clearfil S ³ 'e ait rezin-mine ara yüzeyi.....	65
Şekil 21. Bond Force'a ait rezin-mine ara yüzeyi.....	66
Şekil 22. G-Bond'a ait rezin-mine ara yüzeyi.....	67
Şekil 23. Xeno V'e ait rezin-mine ara yüzeyi.....	68
Şekil 24. Clearfil SE'ye ait rezin-mine ara yüzeyi.....	69

Şekil 25. One-Step'e ait rezin-mine ara yüzeyi.....	70
Şekil 26. Clearfil S ³ 'e ait rezin-dentin ara yüzeyi.....	71
Şekil 27. Bond Force'a ait rezin- dentin ara yüzeyi.....	72
Şekil 28. G-Bond'a ait rezin-dentin ara yüzeyi.....	73
Şekil 29. Xeno V'e ait rezin-dentin ara yüzeyi.. ..	74
Şekil 30. Clearfil SE'ye ait rezin-dentin ara yüzeyi.....	75
Şekil 31. One-Step'e ait rezin-dentin ara yüzeyi.....	76

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1: Çalışmada kullanılan materyaller	33
Çizelge 2: Çalışmada kullanılan materyallerin uygulama şekilleri.....	34
Çizelge 3. Mineye ait mikroyerilme bağlanma dayanımı sonuçları.....	53
Çizelge 4. Dentine ait mikroyerilme bağlanma dayanımı sonuçları	54
Çizelge 6. Işık mikroskobu ile yapılan inceleme sonucu elde edilen kopma tipleri.....	56

1. GİRİŞ

Adeziv dişhekimliğindeki gelişmeler dişhekimliği uygulamalarında köklü değişikliklere neden olmuştur ve yeni adeziv sistemlerin sunulması ile bu değişimlerin daha da artması beklenmektedir. Günümüzde adeziv dişhekimliğinde minimal invaziv tedavi adı verilen ve mine ve dentinden mümkün olduğu kadar az diş dokusunun kaldırılmasını öngören yaklaşım uygulanmaktadır. Adeziv sistemler diş sert dokularına mikromekanik bir bağlanma sağlayarak bu amaca hizmet ederler (1,2).

Adeziv sistemler mine ve dentine bağlanma mekanizmalarına göre etch&rinse (asitlenen ve yıkanan), self-etch (kendinden asitli) ve cam iyonomer adeziv sistemler olarak sınıflandırılmaktadır. Etch&rinse adeziv sistemlerdeki asitleme, yıkama ve kurutma, primer ve bonding ajan uygulama basamakları basitleştirilerek self-etch adeziv sistemlerde asitleme ve yıkama basamağı ortadan kaldırılmıştır. Kolay uygulanabilir olması ve hekime zaman kazandırması self-etch adeziv sistemlerin tercih edilme nedeni olmuştur (1,2). Self-etch adeziv sistemlerle yapılan çalışmalar sonucunda demineralizasyon derinliği ile rezin infiltrasyon derinliğinin aynı olduğu öne sürülmüş ve postoperatif hassasiyetin azaldığı bildirilmiştir. Hekim koltuğunda hastanın daha az zaman geçirmesi de self-etch adeziv sistemler açısından bir avantaj teşkil etmiştir. Hekimlerin hasta başında daha az zaman harcama ve teknik hassasiyet gerektirmeyen adeziv sistemlere yönelme isteği self-etch adeziv sistemlerin daha da geliştirilerek farklı kimyasal yapıları ve farklı uygulama şekilleri olan bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerin kullanıma sunulmasını sağlamıştır. Bir basamaklı self-etch adeziv sistemler asitleme, primer uygulama ve bonding aşamalarının birleştirildiği adezivlerdir. İlk üretilen bir basamaklı adeziv sistemler bileşenlerin karıştırılmasını gerektiren sistemler olmuştur. İki farklı bileşen ayrı bir kapta karıştırılarak uygulanmaktadır. Karıştırma işlemini de ortadan kaldırmak amacı ile bir bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemler geliştirilmiştir. Farklı monomer içerikleri, farklı

asiditeleri ve farklı çözücülerini ile bu yeni üretilen bir bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemler birbirinden ayrılmaktadır. Ayrıca bu farklılıklarından dolayı bu adezivlerin mine ve dentine bağlanma mekanizmaları ve diş sert doku yüzeylerinde oluşturdukları yapılar da farklılık göstermektedir. Bir bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemleri değerlendiren az sayıda çalışma bulunmaktadır. Bu adeziv sistemlerin başarısını ölçmek üzere daha fazla sayıda klinik ve laboratuvar çalışmasına ihtiyaç vardır.

Minede ve dentindeki demineralizasyonu, rezin infiltrasyonunu ve hibrit tabakası ile bağlantı arayüzeyini inceleyen birçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalar adeziv sistemlerin bağlanma mekanizmaları hakkında bilgi vermektedir. Ancak yeni geliştirilmiş ve farklı kimyasal yapıları olan bir bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerin mine ve dentine bağlanma mekanizmaları ve oluşturdukları yüzey yapıları ile ilgili veriler yetersiz kalmaktadır.

Bu çalışmanın amacı farklı kimyasal yapıları olan bir bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerin mine ve dentine bağlanma etkinliklerinin ve mekanizmasının incelenmesidir.

Yeni geliştirilen adezivler piyasaya sürülmeden önce klinik şartların taklit edildiği *in vitro* deneylerle test edilir. Bu testlerin sonuçlarına göre gerekli olduğu hallerde iyileştirme yapılarak adezivler kullanıma sunulur. Piyasaya sürülür sürülmez adezivler kullanılmaya başlandığı için çok kısa zamanda sonuç verecek testlerin uygulanması gereklidir. Bu testler *in vitro* testlerdir ve adezivin başarısı hakkında hekimlere fikir verir. Bu nedenle farklı kimyasal yapıları olan bir bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerin bağlanma mekanizmalarını *in vitro* olarak incelemek ve kısa dönem sonuçlarını vererek daha sonra yapılacak olan uzun dönem çalışmalarına temel oluşturmayı amaçlamak önemlidir. Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar bir basamaklı self-etch adeziv sistemin klinik koşullarda kullanımına ışık tutacaktır.

Adeziv sistemlerin ayrı ayrı çalışmalarda değerlendirilmeleri mümkündür. Ancak bu çalışmalar farklı hekimler tarafından, farklı koşullarda ve farklı test yöntemleri kullanılarak gerçekleştirildiklerinden dolayı karşılaştırmalı ve geniş kapsamlı bir incelemeye olanak vermeyebilirler. Bu çalışmada birbirinden farklı özellikleri bulunan bir bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemler aynı koşullarda, aynı test yöntemi kullanılarak tek bir hekim tarafından test edilmiştir. Karşılaştırmalı ve geniş kapsamlı olması bakımından bu çalışma önem arz etmektedir.

Adeziv sistemlerin başarısının değerlendirilmesinde güvenilir bir yöntem olan mikrogerilme bağlanma dayanımı testinin uygulanabilmesi için özel koşulların sağlanması gerekmektedir. Yapılan çalışmalar ile uyumlu sonuçların elde edilmesi standart bir uygulamanın oluşturulması ile mümkündür. Bu doğrultuda, bu çalışma ile Süleyman Demirel Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi'nde mikrogerilme bağlanma dayanımı testi için standart bir yöntem oluşturulması amaçlanmıştır.

Bu nedenle son zamanlarda piyasaya sürülen ve fonksiyonel monomerleri ve asiditeleri farklı olan tek bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemler *in vitro* olarak değerlendirildi. Bu adezivler Clearfil S³ (Kuraray, Osaka, Japonya), Bond Force (Tokuyama Dental Corporation, Tokyo, Japonya), G-Bond (GC, Tokyo, Japonya) ve Xeno V (Dentsply DeTrey, Konstanz, Almanya). Kontrollü bir çalışma için altın standart olarak kabul edilen iki basamaklı bir etch&rinse adeziv (Bisco Inc, Schaumburg, Illinois, ABD) ve iki basamaklı self-etch bir adeziv (Clearfil SE Bond, Kuarary, Tokyo, Japonya) kontrol grubu olarak alındı.

Buna göre çalışmanın aşamaları aşağıdaki şekilde oluşturuldu:

1. Seçilen adezivlerin bağlanma etkinlikleri incelendi. Bir bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerin mine ve dentindeki bağlanma dayanımının araştırılması amacı ile mikrogerilme bağlanma dayanımı testi uygulandı.

2. Mikrogerilme bağlanma dayanımı sonucunda oluşan kopma tipleri stereomikroskop ve taramalı elektron mikroskobu ile incelendi.

3. Seçilen adezivlerin bağlanma mekanizmaları incelendi. Bir bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerin ve kontrol adezivlerinin mine ve dentindeki ara yüzey morfolojisi rezin-dentin ve rezin-mine ara yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu ile incelenerek değerlendirildi.

2. GENEL BİLGİ

2.1. Diş Sert Dokularına Bağlanma

Adezyon, valans kuvvetlerinden veya bağlayıcı kuvvetlerden ya da her ikisinden meydana gelen ara yüzey kuvvetleri ile iki yüzeyin bir arada tutulduğu bir durum olarak ifade edilir. Adezyon kelimesi Latince olan *adhaere* (yapışmak) kelimesinden gelmektedir. Adeziv genellikle vizköz kıvamda, iki substradı bir araya getiren ve katılarak yükü bir yüzeyden diğerine aktarabilen bir materyaldir (1).

Rezinlerin diş yapısına bağlanması dört mekanizmanın sonucudur. Bunlar mekanik, difüzyon, adsorpsiyon ve bu üç mekanizmanın kombinasyonudur. Mekanik olarak bağlanma rezinin penetrasyonu ve diş yüzeyinde rezin tagların oluşumudur. Difüzyonda ise rezin monomerlerin mekanik ya da kimyasal olarak bağlanabileceği diş yüzeylerine materyallerin çökmesi söz konusudur. Diş yapısının inorganik bileşeni olan hidroksiapatite ve organik bileşeni olan Tip I kollajene kimyasal bağlanma adsorpsiyon olarak ifade edilir ve bu üç mekanizmanın kombinasyonu da rezinlerin diş yapılarına bağlanmasında dördüncü mekanizmayı meydana getirir (1).

İyi bir adezyon için adeziv ve mine veya dentin arasında mesafe az olmalıdır. Ayrıca, adezivin yüzey gerilimi mine ve dentinin yüzey enerjisinden daha küçük olmalıdır. Rezinlerin diş yapısına bağlanmasındaki temel problem metakrilat esaslı rezinlerin serbest radikal polimerizasyonu sırasında büzülmesidir. Bu nedenle, adeziv rezinin büzülme streslerine direnç gösterecek güçlü bir bağ oluşturması gereklidir (1).

Son zamanlarda, spesifik monomerler ile hidroksiapatitteki kalsiyum arasında kimyasal bir etkileşim olduğunu vurgulayan mekanizmalar desteklenmektedir (2).

2.1.1. Mineye Bağlanma

Buonocore adlı araştırmacının 1955'te, rezin esaslı restoratif materyallerin bağlanmasını arttırmak amacı ile minenin aköz bir asit ile kimyasal olarak muamele edilmesini önermesinin üzerinden 50 yıl geçmiştir (3-7). Sonraki çalışmalar, mineye bağlanmayı arttıran temel mekanizmanın asitlenmiş mine yüzeyindeki mikropörözitelere penetre olmuş olan rezin tagların oluşumu ile gerçekleştiğini göstermiştir (3,4).

Minenin asitlenmesinin amaçları mineyi temizlemek, minedeki smear tabakasını uzaklaştırmak, prizmatik ve interprizmatik mineral kristallerini uzaklaştırarak mikropöröziteyi ve minenin yüzey enerjisini arttırmaktır (8). Asitlenerek pürüzlendirilmiş yüzeye rezin esaslı sıvı bir materyal uygulandığında, kapiller hareket ile rezin yüzeye penetre olur (9,10). Mine prizmalarının ve kristallerinin arasına rezinin penetre olması ile rezin mikrotagların oluşumu, rezinin mineye bağlanmasında temel mekanizmadır (1,10,11).

Minenin asitlenmesi sonucunda ortaya çıkan mikromorfolojik yapılar ilk olarak Pool ve Johnson tarafından sınıflandırılmıştır (12). Hobson ve ark., bu sınıflandırmayı ilk olarak Silverstone ve ark.'nın, daha sonra da Brannstrom ve ark. ile Galil ve Wright'ın geliştirdiklerini ifade etmiştir (12). Günümüzde minenin asitlenmesi sonucu görülen mikromorfolojik modeller Tip I, Tip II ve Tip III asitleme modeli olarak ifade edilmektedir (1). Tip I asitleme modelinde mine prizmalarının korları çözünürken periferleri çözünmez. Tip II asitleme modelinde ise mine prizmalarının periferleri çözünür ancak korları sağlam kalır. Her iki asitleme modelinden farklı, diğer asitleme modellerine benzeyen alanlar içeren ve mine prizması morfolojisi ile ilişkili olmayan topografiye sahip alanların görüldüğü asitleme modeli ise Tip III olarak tanımlanır (1).

Rezinin mine prizmalarını çevreleyen boşlukları doldurmasıyla makrotaglar, mine prizmalarının kor yapısını doldurmasıyla da mikrotaglar meydana gelir (13).

2.1.2. Dentine Bağlanma

Dentine bağlanma, mineye bağlanma ile kıyaslandığında homojen içeriğini oluşturan hidroksiapatitten dolayı mineye bağlanmanın güvenilir bir yöntem olduğu öne sürülmektedir (14,15). Dentinin yapısında daha fazla su ve özellikle Tip I kollajen olmak üzere, daha fazla organik materyal bulunması, pulpa kaynaklı hidrostatik basınç, tübüller içerisindeki nem ve smear tabakasının varlığı, dentine bağlanmayı problemlile hale getirmektedir (7,14,15).

Genellikle, kavite preparasyonundan sonra mine ve dentin yüzeyleri smear tabakası olarak adlandırılan organik ve inorganik debristen meydana gelen amorföz ince bir tabaka ile örtülür (16,17). Smear tabakası mine ve dentinin kesilmesi ve aşındırılması işlemleri sırasında oluşur (16). 1979'da Fusayama ve ark., adezyonu arttırmak amacı ile dentin üzerindeki smear tabakasının fosforik asit ile uzaklaştırılmasını önermiştir (18). Dentine asit uygulandığında smear tabakası ve dentinin 1-10µm'lik mineral yüzeyi ve dentin kanallarının ağzını tıkayan smear tıkaçları uzaklaştırılır (17,19-21). Asitleme sonucu kollajende oluşan nano boşlukları dolduran rezin materyal, aynı zamanda ortamda kalan hidroksiapatitlerle de karışarak yeni bir yapı oluşturur (4,15,19,). Yüzeyin demineralizasyonu, monomerlerin infiltrasyonu ve polimerizasyonu sonucu mine, dentin ve sement gibi diş dokularında meydana gelen bu yapıya "hibridize diş sert dokuları" ya da "hibrit tabakası", olaya da "hibridizasyon" denir (8,22,23).

Hibridizasyonun üç spesifik ultramorfolojik yapısı belirlenmiştir (19). Bunlar halı kılı görünümü, tübül duvarlarını kaplayan hibrit tabaka ve lateral tübül hibridizasyonudur. Halı kılı görünümü genellikle dentin yüzeyinin asidik

primerlerle ovulması ile adeziv rezinle kollajen fibrillerin gevşek bağlanması sonucu ortaya çıkar. Resin tagların dentin kanalı duvarlarına uzanarak kanalları halka şeklinde sarması ile tübül duvarlarını kaplayan hibrit tabaka meydana gelir. Lateral tübül hibridizasyonunda dentin kanallarının lateral dallanmalarını örten çok ince hibrit tabakaları gözlenir.

2.2. Adeziv Sistemlerin Sınıflandırılması

Başlangıçtan bugüne adeziv sistemler çok gelişmiştir. İlk bağlanma ajanları çok basamaklı sistemlerden meydana gelirken, son gelişmeler teknik hassasiyeti azaltmak ve manipulasyon zamanını kısaltmak amacı ile uygulama prosedürünün basitleştirilmesine odaklanmıştır. Adezivlerin sürekli yenilenmeleri nedeni ile farklı kategorilerde sınıflandırmak kolay değildir. Geçmişte birçok sınıflandırma yapılmıştır. Sonunda, bilimsel nitelikte daha basit ve güvenilir bir sınıflandırma geliştirilmiştir: etch&rinse adezivler, self-etch adezivler ve cam iyonomer adezivler (2,13,16,24-28). Cam iyonomer adezivlerin bağlanma mekanizmasının self-etch adezivlerinkiyle benzer olduğu belirtilmiştir (2). Bu nedenle adeziv sistemler artık ikiye ayrılmaktadır (2). Uygulanan adezyon tipini ifade ettiğinden dolayı bu sınıflandırma dişhekimine veya araştırmacıya adezyon mekanizması ve adeziv sisteminin karakteristik özellikleri hakkında fikir verir. Her iki adeziv sistemde de hibridizasyon görülür (2).

2.2.1. Etch&Rinse Adeziv Sistemler

Etch&rinse adeziv sistemler, asitleme ve onu takip eden yıkama aşamaları ile self-etch adezivlerden farklılık gösterirler. Bu adezivler için sıklıkla kullanılan bir diğer isim de “total-asitleme yapan” adezivlerdir ve bu sistemlerde mine ve dentin aynı anda asitlenir. Ancak self-etch adezivler de

dişi hem asitleyip hem de demineralize edebildiklerinden dolayı bu isimlerin karıştırılması mümkündür (2).

Etch&rinse adeziv sistemler üç basamaklı ve iki basamaklı olmak üzere ikiye ayrılırlar (16).

Üç basamaklı etch&rinse adeziv sistemler mine ve dentine asit, primer ve adeziv rezinin birbirini takip ederek uygulandığı sistemlerdir. Asit uygulamasından sonra asitlenen diş dokularının yıkanmasını gerektirirler (10,13). İki basamaklı etch&rinse adeziv sistemlerde ise primer ve adeziv rezin tek bir uygulamada birleştirilmiştir (13). Ancak bu iki basamaklı sistemlerde, asitleme ve yıkama işlemlerinin de yapılması gerekir (6,13,29). Günümüzdeki sistemlerde genellikle %30-40'lık fosforik asit kullanılır (2,13,20).

Primer solusyonu hidrofilik özellikteki monomerlerin organik çözücülerde çözüldüğü bir karışımdır. HEMA, bu primer solusyonlarına en çok ilave edilen monomerdir. Düşük moleküler ağırlığı ve hidrofilik yapısı nedeni ile HEMA, rezin infiltrasyonunu ve kollajen ağın genişlemesini sağlar; böylece adezivin bağlanma dayanımını artırır (2).

Adeziv rezin temel olarak hidrofobik monomerler içeren çözücüsüz, doldurucu veya doldurucusuz bir solusyondur. Bu adeziv rezinin temel fonksiyonu kollajen fibriller arasında kalmış interfibriller boşlukları doldurmaktır. Bu monomerlerin sertleştirilmesi ve polimerizasyonu sonrasında mikromekanik retansiyonu sağlayan hibrit tabakası ve rezin taglar meydana gelir (2).

Hem üç hem de iki basamaklı etch&rinse adeziv sistemlerin adezyon mekanizmaları benzerdir (2). Minenin asitlenmesi ile minedeki smear tabakası, prizmatik ve interprizmatik mineral kristalleri uzaklaştırılarak minede mikropörözitelere oluşturulur. Adezivlerin mine ile mikromekanik olarak bağlanma mekanizması, minenin asit ile çözülmesinden sonra oluşan bu mikropörözitelere rezin monomerlerin infiltrasyonu ve mine yüzeyindeki

mikro boşluklarda asit uygulanarak açığa çıkmış hidroksiapatit kristallerinin polimerize olmuş monomerler ile örtülenmesinin bir sonucudur (4).

Asitleme basamağında fosforik asit dentini 3-5 µm derinliğinde demineralize ederek smear tabakasını uzaklaştırır ve böylece hidroksiapatitten arınmış bir kollajen ağı ortaya çıkarır (2,4,22). Asitleme basamağından sonra, açığa çıkmış kollajen ağını ıslatmak amacı ile primer uygulanır ve dentin adeziv rezinin infiltrasyonuna hazır hale getirilir (2). Kollajen fibriller, rezin polimerlerinin mikromekanik olarak kilitlenmesi için mikro retantif bir ağ görevi görür (2). Adeziv rezinin de uygulanması ile kollajen, rezin, hidroksiapatit artıkları ve sudan oluşan hibrit tabakası meydana gelir (4,22). Adeziv rezin, kanal lümenlerine infiltre olur ve rezin tagları oluşturur (4,22). Dentine bağlanma mekanizması bu nedenle hem mikromekanik hem de makromekaniktir (4).

Bugüne kadar yapılan *in vitro* ve *in vivo* araştırmalar etch&rinse adeziv sistemlerin hem mine hem de dentine iyi bir adezyon sağladıklarını göstermiştir (2). Genellikle üç basamaklı etch&rinse adeziv sistemler, iki basamaklı etch&rinse adeziv sistemlerden daha üstün bulunmuştur. Yaşlandırma çalışmalarında üç basamaklı etch&rinse adeziv sistemlerin oluşturduğu bağların daha dayanıklı oldukları gösterilmiştir (2). Bu nedenle bu adezivler altın standart olarak kabul edilmektedir (2,25,28).

Etch&rinse adeziv sistemlerini diğer adeziv sistemlere göre üstün kılan özellikleri vardır. Mineye bağlanma söz konusu olduğunda etch&rinse adeziv sistemler, iki ya da üç basamaklı olmaları ve test edilen ürün göz önüne alındığında bağlanma etkinliğini en yüksek olan adezivlerdir. Bazı adezivlerin bağlanma etkinlikleri etch&rinse adeziv sistemlerinkine benzer olmasına rağmen, self-etch adeziv sistemlerde daha düşük bağlanma etkinlikleri görülmektedir (13). Dentinde üç basamaklı etch&rinse adeziv sistemler basitleştirilmiş olanlara kıyasla üstün özellikler gösterirler. İki basamaklı etch&rinse adeziv sistemler ve iki basamaklı self-etch adeziv sistemler

arasında bağlanma etkinliği açısından anlamlı bir farklılık bulunmayabilir (13).

Avantajlarının yanında etch&rinse adeziv sistemlerin birçok dezavantajı vardır. Uygulama basamakları fazladır ve zaman alıcıdır (29). Asitleme ve yıkama aşamalarından dolayı teknik hassasiyetleri fazladır (2,31). Teknik hassasiyet, kollajen ağının çökmesine ve bu nedenle kollajenlerin monomerlerle doldurulmasının engellenebilmesine bağlanabilir. Dentinin asitlenmesi mineral fazınının neredeyse tamamını uzaklaştırır. Bu şekilde kollajen fibrilleri suda askıda kalır. Minede iyi bir bağlanmanın elde edilmesi için minenin kuru olması gerekirken, dentindeki kollajen fibrillerin büzülmesini engellemek üzere belirli miktarda suya ihtiyaç vardır. Bu problemi çözümlenmede iki farklı yaklaşım söz konusudur (2).

İlk yaklaşım, “kuru bağlanma” tekniği olarak bilinir ve asitlendikten sonra dentinin hava ile kurutulmasından ve çökelmiş kollajen ağını yeniden uzatabilen su bazlı bir primerin uygulanmasından meydana gelir (2). Alternatif yaklaşım dentinin nemli bırakılmasıdır. Bu şekilde herhangi bir çökme meydana gelmez ve suyu uzaklaştırabilen aseton bazlı bir primer uygulanır. Bu teknik genellikle “nemli bağlanma” olarak bilinir ve 90’ların başlangıcında Kanca ve Gwinnett tarafından tanımlanmıştır (2,21,31). Bununla beraber, dentinde bırakılan ve aseton bazlı bir primer ile tamamen uzaklaştırılabilecek suyun miktarı belirsizdir. Aşırı su varlığı nedeni ile ortaya çıkan problemler Tay ve ark. tarafından tanımlanmıştır ve “aşırı ıslanma fenomeni” olarak adlandırılmıştır. “Kuru bağlanma” tekniği daha az hassastır ve bağlanmayı engellemediğinden dolayı, standartlaştırılması zor olan nemli bağlanma tekniğine göre tercih edilmesi önerilmektedir (2).

Etch&rinse adeziv sistemlerin bir diğer dezavantajı hibrit tabakasında yetersiz rezin infiltrasyonu ve demineralizasyon derinliği ile rezin infiltrasyonu arasındaki uyumsuzluğun bir sonucu olarak nanosızıntı meydana gelmesidir (2,25,32).

2.2.2. Self-Etch Adeziv Sistemler

Adeziv teknolojisindeki yenilikler self-etch adeziv sistemlerin geliştirilmesiyle hız kazanmıştır (33). Self-etch adeziv sistemler mine ve dentini aynı anda asitleyen ve primer uygulayan asidik monomerler içerirler ve rezin kompozit ile birlikte bir polimerizasyonu sağlayan vinil gruplarını taşırlar (4,11,28,29,34,35). Self-etch adeziv sistemlerin bağlanma mekanizması diş sert dokularının yüzeyinin kimyasal yapısını değiştirmeye dayanır. Buna hibridizasyon denir. Mine veya dentin yüzeyi kısmen çözülür ve oluşan pöröziteler rezin ile doldurulur (34,36).

Self-etch adeziv sistemler iki basamaklı self-etch adezivler ve bir basamaklı self-etch adeziv sistemler olmak üzere ikiye ayrılır (4,10,13,24,31,37). İki basamaklı self-etch adeziv sistemlerde asit ve primer tek bir şişede birleştirilmiştir (4,10,31,33). Bonding ajan ayrıca uygulanır (31). Bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerde ise asit, primer ve bonding ajan birarada bulunur (3,4,6,16,27,29,31,33). Bir basamaklı self-etch adeziv sistemler, iki bileşenli ya da tek bileşenli olabilirler (37). İki bileşenli self-etch bir basamaklı adeziv sistemlerin bileşenlerinin karıştırılarak kullanılması gerekirken, tek bileşenli self-etch bir basamaklı adeziv sistemler herhangi bir karıştırma işlemi gerektirmezler ve doğrudan uygulanabilirler (37).

İki basamaklı self-etch adeziv sistemlerde minenin önceden asitleme işlemi, asitleme ve primer uygulamayı aynı anda yapabilen hidrofilik, asidik monomerlerin kullanılması ile ortadan kaldırılmıştır (11,38). Bu fonksiyonel monomerlere self-etch primer adı verilir. Self-etch sistemlerdeki reaktif bileşenler metakrilik asit veya fosforik asit gruplarından alınan bivalent alkollerden türetilen esterlerdir (11). Fosforik kalıntı asitleme işleminden, molekülün metakrilat bileşeni ise bağlayıcı ajan ve kompozit rezin arasındaki polimerizasyondan sorumludur. Bu şekilde reaksiyon ürünlerinin veya fosforik asit esterin yıkanmasına gerek yoktur çünkü her ikisi de bonding tabakası içinde polimerize olur (11). Self-etch adeziv sistemlerde mine ile

mikromekanik etkileşimin ve kristallerin içindeki nano retansiyonların yanında 4-MET, fenil fosfat ve 10-MDP gibi bazı fonksiyonel monomerler ile hidroksiapatit kalıntılarındaki kalsiyum arasındaki etkileşimin bir sonucu olarak kimyasal bağlanma reaksiyonlarının meydana gelmesi beklenmektedir (11).

Asitleme derecelerine göre self-etch adeziv sistemler farklılık gösterirler ve pH'ı 1.0 veya 1.0'ın altında olanlar kuvvetli asidik, pH'ı yaklaşık 1.5 olanlar orta kuvvetli asidik, pH'ı 2.0 veya 2.0'dan büyük olanlar hafif asidik ve pH'ı 2.7 olanlar çok hafif asidik olarak sınıflandırılır (2,10,13,28,30,35,39,40).

Asidik monomerlerin özellikleri self-etch adeziv sistemlerin mineyi ve dentini asitleme yeteneklerini belirler. Self-etch adeziv sistemlerin asitleme potansiyeli pH değerlerine bağlıdır (23). Kuvvetli asidik self-etch adeziv sistemlerin pH'ı genellikle 1 veya 1'in altındadır (13). Minede etch&rinse adeziv sistemlerinkine benzer asitleme modeli ve kalın bir hibrit tabakası oluşturabilirler (13,17,30,39). Bunun yanında uygulama şekli, vizkoziteleri, adezivlerin çözünebilirlikleri ve monomer difüzyon dinamiği hibrit tabakasının kalınlığını etkiler (23). Orta kuvvetli asidik self-etch adeziv sistemlerin minede oluşturduğu asitleme modeli fosforik asidin minedeki asitleme modeline göre daha az retantiftir (25).

Self-etch adeziv sistemlerde bulunan asidik grup mineyi asitlerken metakrilat grubu bağlayıcı ajan ile kompozit rezin arasında bir polimerizasyon sağlar. Minede metakrilik esterlerin etkisinin tek tek mine prizmalarının yüzeyleri ile etkileşerek prizmalar arası mesafeleri açmak şeklinde olduğu düşünülmektedir (41). Asitleme sonucunda üç boyutlu bir rölyef meydana gelir. Resin polimerize olduğunda iki resin tag şekli oluşmaktadır: prizmalar arası boşlukları dolduran makro taglar ve prizmalar içindeki minede mikro taglar. Bu hibrit tabakasının oluşmasını sağlar (41). Ancak, yüksek pH'larından dolayı bu self-etch adeziv sistemler fosforik aside kıyasla minede daha sığ bir demineralizasyon sağlarlar (4).

Self-etch adeziv sistemlerin kimyasal analizleri, bu adezivlerin kimyasal bir etkileşime yol açarak minenin hidroksiapatit kristallerinin dekalsifikasyonundan sorumlu olduklarını göstermiştir (41). Bununla beraber, self-etch primer ajanlarının mineyi asitleme potansiyeli daha azdır ve fosforik asidin uygulanması ile kıyaslandığında daha az retantiftir (9,25,42). Yoshida ve ark., diş dokusunun mineral yapısındaki kalsiyum ve fosfatın çözünmesine ve asidik monomerler ile çözünen mineraller arasında tuz bileşiklerinin oluşmasına yol açan kimyasal mekanizmayı açıklamak üzere adezyon-dekalsifikasyon kavramını öne sürmüşlerdir. Bu kendinden asidik monomerlerin farklı dekalsifikasyon/ asitleme kapasiteleri vardır (41).

Bu sistemlerin mineye bağlanma etkinlikleri, demineralizasyon kapasiteleri, pürüzlendirilmiş veya pürüzlendirilmemiş olmak üzere pürüzlendirme koşulları, self-etch adezivin koheziv dayanımı ve uygulama yöntemi gibi birçok faktöre bağlıdır (10).

Self-etch adeziv sistemlerin, smear tabakasını ve altındaki dentini demineralize edecek asiditeye sahip olması gereklidir (25,30). Bu nedenle doymamış, polimerize olabilen organik asitler veya asidik monomerler her bir sisteme farklı birer temel bileşen olarak katılırlar ve başlangıç pH'larının farklılaşmasına yol açarlar (30).

Kuvvetli asidik self-etch adeziv sistemler dentinde kollajeni açığa çıkarırlar ve hemen hemen hidroksiapatitin tamamını çözerler. Kuvvetli asidik self-etch adeziv sistemlerin bağlanma mekanizması difüzyona dayanır ve etch&rinse adeziv sistemlerinkine benzerdir (2,13,43). Hafif asidik self-etch adeziv sistemlerin pH'ı yaklaşık olarak 2'dir ve hidroksiapatitlerin izlenebildiği 0.5-1.0 µm kalınlığında bir hibrit tabakası oluştururlar (2,13,25, 38,40). Bu adezivler dentini çok az demineralize ederler ve kollajen fibrillerin çevresindeki hidroksiapatit kristallerini uzaklaştırmazlar; böylece kimyasal bir etkileşim sağlarlar (2). Orta kuvvetli asidik kendinden asitli adeziv sistmlerin pH'ı 1.5'tir (13). Tabanda kısmen demineralize bir tabaka ve üstte demineralize bir tabakadan meydana gelen hibrit tabakası tipik görüntüsüdür

(13). Hibrit tabakasının 1 µm olan en derin bölgesinde hidroksiapatit kristalleri gözlenmektedir. Bu adezivlerle pH'ları küçük olduğundan dolayı, mine ve dentinde mikromekanik bir kilitlenme elde edilir (13).

Pashley ve ark., hafif asidik self-etch adeziv sistemlerin rezin infiltre olmuş kalın organik materyalin altında ince ama güvenilir bir hibrit tabakası oluşturabildiklerini göstermiştir. Bu durum, demineralize dentin smear tabakaları içerisinde birbiri ile bağlantılı kanalların varlığına ve smear tabakası bileşenlerinin globuler birimlerle oluşturdukları dizilimlere bağlanmıştır (39).

Daha yeni geliştirilmiş olmalarına rağmen tek şişe self-etch adeziv sistemler olarak da adlandırılan basitleştirilmiş adezivler piyasada yerini almıştır. Bu sistemler, 1990'ların başında geliştirilmiş olan etch&rinse geleneksel adeziv sistemlerdeki asitleme, primer uygulama ve bonding basamaklarını tek bir solusyonda birleştirdiklerinden dolayı dişhekimleri arasındaki popülariteleri bu basitleştirilmiş uygulama tekniğine dayanır (2,3,6,37,44,45).

Minede asitlenmiş bir yüzey elde etmek için bu adeziv sistemler geleneksel bağlayıcı ajanlarla kıyaslandığında yüksek konsantrasyonlarda asidik monomerler içerirler (3). Önceki çalışmalar yüksek miktarlarda asidik grup içeren adezivlerin aşırı su emilimine yatkın olduklarını göstermiştir (3,6,37,44). Ayrıca, bu adezivlere yüksek miktarlarda su ilave edilmektedir. Smear tabakasına ve alttaki mineralize dentine penetre olabilmeleri için zayıf asidik metakrilat monomerlerinin iyonize formlarına dönüştürülmesinde su gereklidir (16,44,45). Bununla beraber aşırı su, adeziv monomerlerinin tam olarak polimerize olmasını önleyebilir ve adeziv tabakasının mekanik özelliklerinin ve rezin-dentin bağlanma dayanımı değerlerininin düşmesine neden olan faz ayrışmasına yol açabilir (2,16,26,37,44). Faz ayrışması damlatılan adeziv yüzeyinde meydana gelen çok sayıda su damlacığının oluşması şeklindedir (2). Bu durumdaki adeziv, ışık ile sertleştirilirse su damlacıklarının tamamı adeziv içinde hapsolür (2). Bu su damlacıklarının

adezyona dahil olması aradaki bağı bozar ve adeziv tabaka içerisinde su varlığı bağlanma dayanımını olumsuz yönde etkiler (2).

Bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerde, adeziv rezin solüsyonu aslında primer bileşikleri ile önceden karıştırılmıştır ve hidrofobik monomerlerin yanında aseton, etanol, su veya bunların kombinasyonundan meydana gelen çözücülerde çözünen hidrofilik monomerler içerirler. Çözücüler söz konusu olduğunda kendinden asitleme aktivitesi için iyonizasyon ortamını sağladığından dolayı su zaruridir (2,26,39,46). Aseton ve etanol gibi diğer çözücüler ise bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerde hem hidrofilik hem de hidrofobik monomerlerin tek bir fazda çözülmesi için gereklidir ve asitleme işleminin tamamlanması ile suyun buharlaşmasında yardımcı olabilir (46). Çözücü bir yandan solüsyon içerisindeki bileşenleri birarada tutarken diğer yandan çözücünün buharlaşmasını takiben birçok sayıda su damlacığının oluşması ile faz ayrışmasını tetikleyebilir (47). HEMA çözücü ile yer değiştirerek ve solüsyon içerisindeki bileşenleri birarada tutarak faz ayrışması reaksiyonunu önleyebilir (44,47).

Son dönemde yapılan morfolojik bir çalışmada bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerin sağlam mine yüzeylerinde uyumlu asitleme modelleri oluşturduklarını göstermiştir (11).

Self-etch adeziv sistemlerin etch&rinse adeziv sistemlerle kıyaslandıklarında bir çok avantajı vardır. Tek bir basamakta smear tabakasına penetre olurlar, smear tabakasını çözerler ve smear tabakasını adeziv faza dahil ederler (5,16,20,35,48). Ayrıca kollajen ağının çökmesi ve demineralize dentine rezinin yetersiz infiltrasyonu aynı anda meydana gelen demineralizasyon ve monomer infiltrasyonu ile önlenir (13,16,25,34,36,38,40). Bu adezivlerde monomerlerin uygulanması ile elde edilen demineralizasyon derinliğinin penetrasyon derinliği ile aynı olduğu iddia edilmektedir (2,5,16,31,32,43,49). Etch&rinse sistemlerde mevcut ve standartlaştırılması güç olan asitleme, yıkama ve kurutma basamakları yapılmadığından dehidrate olmuş demineralize dentine bağlanmayı etkileyen

teknik hassasiyet elimine edilmiş olur ve çalışma süresi de kısaltılmıştır (2,13,16,28,34-36,38,40,43,48,49). Self-etch adeziv sistemlerin uygulama süreleri daha kısadır ve dentin yüzeyini yeterince nemlendirirler (13,34). Ayrıca daha az nanosızıntı gösterirler (2,34,49). Bu durum dentinin asitlenmesi ile birlikte aynı anda meydana gelen rezin infiltrasyonu ile açıklanabilir (34,36). Self-etch primerler smear tabakasını hibrit tabakasına dahil etmek üzere smear tabakası ile örtülü dentin yüzeyine uygulanırlar. Bu şekilde postoperatif hassasiyeti azaltabilirler (2,5,6,28,31,39,43,48). Sağlam ve pürüzlendirilmemiş mineye gerilme bağlanma dayanımı değerleri uyumlu olmasına rağmen genellikle pürüzlendirilmiş mineye ve smear tabakası ile örtülü dentine daha iyi bağlanırlar (5,28,48,).

Kısa rezin taglara rağmen, smear tıkaçları uzaklaştırılmadığından dolayı iyi bir örtülenme elde edilmektedir (48). Ancak bazı çalışmalarda fosforik aside göre mineye daha az bağlandıkları bulunmuştur (9).

Self-etch adeziv sistemlerin bir dezavantajı dual-cure rezin simanlar ile uyumlu olmamalarından dolayı indirekt işlemlerde kullanılmamalarıdır (31).

Bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerin değerlendirildiği bazı çalışmalarda bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerin bağlanma dayanımlarının iki basamaklı self-etch adezivlerinkinden daha düşük olduğu görülmüştür (33,50). Bu sistemlerin adeziv tabakaları ozmoz¹ ve faz ayrışmasından dolayı, genellikle pöröziteler ve hava kabarcıkları içerirler (37,50).

2.3. Self-Etch Adeziv Sistemlerin Kimyasal Yapısı

Self-etch adeziv sistemlerin kimyasal bileşenleri rezin bileşenler, başlatıcı sistemler, inhibitörler, çözücüler ve özel bileşenlerdir (51).

¹ Ozmoz, çözücü maddelerin az yoğun ortamdan çok yoğun ortama, seçici geçirgen bir zardan enerji harcanmadan geçişidir.

2.3.1. Rezin Bileşenler

2.3.1.1. Self-Etching Adeziv Monomerler

Adeziv ve kompozit arasında iyi bir kovalent bağ oluşturmak amacı ile adezivler kompozit restoratif materyallerinkine benzer rezin monomerler içerir. Bu monomerler rezinin yapısal bütünlüğünü ve dayanıklılığını sağlar. Monomerler bir adezivin en önemli bileşenleridir (51). Günümüz self-etch adezivlerindeki monomerler fonksiyonlarına göre üç gruba ayrılabilir: kendinden asitli adeziv monomerler, çapraz bağlayıcı monomerler ve monofonksiyonel komonomerler (49). Bu monomerler serbest radikallerin homopolimerizasyonunu ve adeziv içerisindeki diğer monomerler ile kopolimerizasyonunu, adeziv içerisinde optimal bir çözülebilirliğini ve hem monomer hem de oluşan polimerin stabilitesini sağlarlar (49). Aynı zamanda monomerlerde su emilimi ve oluşan polimerde şişme en az derecede olmalıdır (49). Monomer adeziv tabakanın mekanik dayanımını etkilememelidir (49). Monomerlerin polimerizasyon büzülmesi ve toksisiteleri düşük olmalıdır (49). Bu özellikler bir ara halkanın bir arada tuttuğu bir veya birden fazla polimerize olan grubu ve ilave fonksiyonel grubu olan monomerler kullanılarak sağlanabilir (49). Farklı özellikte polimerize olabilen grup mevcuttur (51). En yaygın olanları akrilat ve metakrilat monomerlerdir (51). Genel olarak ele alındıklarında akrilik sistemlerin en önemli avantajları radikal polimerizasyon reaksiyonlarının kolay olması ve renksiz, tatsız özellikleridir (49,51). Polimerize olabilen grup genellikle hidrofobik davranış gösterir (49). Fonksiyonel grup genellikle hidrofilik özellikler gösterir. Bu grup, dentinin ıslanabilirliğini ve demineralizasyonunu artırır ve florür salınımı ile monomerin antibakteriyel özellikler göstermesini sağlar. Fonksiyonel monomerler hidrofilik özellikleri ile adezivlerin dentine olan bağlanma dayanımını artırır. Günümüz monomerlerinde en çok kullanılan fonksiyonel gruplar fosfat, karboksil asit ve alkol gruplarıdır. Fonksiyonel gruplar yeterli konsantrasyonlarda bulduklarında belirli dereceye kadar bir yüzey

demineralizasyonu yapabilir. Asitleme şiddeti bu grupların asiditesine göre sıralanabilir: sulfonik asit > asit fosfat > fosfonik > karboksilik asit (49,51).

Bir monomerdeki ara halka, polimerize olabilen grubu ve fonksiyonel grubu birbirinden ayrı tutar (51). Bu ara halkanın yapısı, çapraz bağlayıcılarda iki veya üç polimerize olabilen grubun bağlandığı ya da self-etching adeziv monomerlerinde veya monofonksiyonel komonomerlerde polimerize olabilen grup ile adeziv grubun bağlandığı durumlarda önem arz eder (49). Ara halkanın monomerin ve oluşan polimerin özellikleri üzerinde önemli etkileri vardır (49,51). Ara halka monomerin buharlaşma, çözünürlük, vizkozite, ıslatma ve penetrasyon gibi özelliklerini etkiler (49). Ara halkanın polaritesi monomerin suda ve diğer çözücülerdeki çözünürlüğünü belirler (51). Su emme özelliği ise monomerin hidrolizise yatkın olmasına yol açan su alımına ve dolayısı ile sertleştirilmiş rezinde şişmeye ve renk değişikliğine neden olur (51). Ara halkanın boyutu monomerin vizkozitesini, sonuç olarak da ıslatma ve penetrasyon davranışlarını belirler (51). Ayrıca ara halka monomerin esnekliğini de etkiler (51). Ara halkanın yapısı oluşan polimerlerin su emme, şişme, esneklik veya sertlik gibi özelliklerine etki eder (49).

Self-etching adeziv monomerler self-etch adeziv sistemlerde adezivin dış sert dokuları ile etkileşiminden sorumlu monomerlerdir (49). Bir monomerde bulunması gereken ve yukarıda açıklanan özelliklerin yanısıra bu monomerler adezivin minede mikromekanik bir bağlanma yapmasını sağlayacak düzeyde pürüzlü bir yüzey oluşturmak üzere kısa bir sürede mine yüzeyini asitleyebilmelidir (49). Dış yüzeyinde yeterli bir film kalınlığı oluşturmalı ve penetre olabilmelidir (49). Dış sert dokularının bileşenleri ile hızlı iyonik ve kovalent bağlar oluşturabilmelidir (49). Self-etching adeziv monomerler, adezivdeki diğer monomerlerle ve kopolimerizasyon sonucu kompozit materyaliyle reaksiyona girebilen bir polimerize olabilen gruptan, dış sert dokularını asitleyen ve etkileşime giren asit adeziv gruptan ve çözünürlük, esneklik, ıslatma gibi monomer özelliklerini etkileyen ara halkadan meydana gelirler (49).

Monomerlerin diş sert dokularına kimyasal olarak bağlanması asidik grubun hidroksiapatit gibi diş sert dokularındaki inorganik bileşenler ile iyonik bağlar yaparak ve salisilik asit veya aminodiasetik asitlerinde bulunan şelasyon gruplarının mine veya dentindeki kalsiyum iyonları ile bağlanması sonucu meydana gelir. Daha sonra monomerlerdeki reaktif gruplar dentindeki kollajen fiberlerle kovalent bağlar oluşturur (49).

Adeziv monomerler fosfor içeren monomerler ve polimerize olabilen karboksilik asitler olarak ayrılır (49).

Fosfonik asit ve asidik fosfatlar gibi fosfor içeren monomerlerin, mine ve dentini asitleme özelliği vardır (49). Üretilen ilk fosfor içeren monomer GDMP, diğer asidik metakrilat fosfatlar ise bis-GMA ile fosfor oksikloridin reaksiyon ürünleridir. Bunlar MEP-P, MDP, MPP, MEP, HEMA fosfat ve PENTA-P (49). Günümüz self-etch adeziv sistemlerde kullanılan fosfor içeren monomerler MDP, MEP, DMEP ve GDMP'dır (49). Fenil-P kendinden asitli primerlerde kullanılan ilk asidik monomerlerdendir. Bu monomerin demineralize dentinde rezin difüzyonunu arttırdığı belirlenmiştir. Günümüz adezivlerinde çok sık kullanılmamaktadır (51). 10-MDP ise ilk olarak Kuraray tarafından sentezlenen ve patenti Kuraray'a ait bir monomerdir. Dihidrojen fosfat grubu nedeniyle asitleyici monomer olarak kullanılır. Etanol ve aseton bu monomer için en uygun çözücülerdir. Hidrolize karşı oldukça dayanıklıdır. Yoshida ve ark., bu monomerin kalsiyum ile güçlü iyonik bağlar oluşturma kapasitesi olduğunu göstermiştir (51). Fosfor içeren diğer monomerler HEMA-fosfat ve di-HEMA-fosfat hidrolitik açıdan dayanıklı değildir. Aköz solusyonlarda HEMA ve güçlü asidik fosforik aside ayrışırlar. Bu nedenle bu monomerleri içeren adezivler oldukça asidiktir (51).

Self-etch adeziv sistemlere ilave edilen ilk polimerize olabilen karboksilik asitler 4-META ve MAC-10'dur (49). Bu doymamış polimerize olabilen karboksilik asitlerin pH'ı 2'nin altındadır, mine ve dentini asitleyebilirler (49). 4-MET, 4-META olarak bulunur. Adezyonu sağlayan ve demineralizasyon etkisi olan bir monomerdir. Bu monomer asetonda çok iyi,

etanolda orta derecede ve suda zor çözünür. Metilmetakrilat ile birlikte kullanılır. Yoshida ve ark., 4-MET'in 10-MDP'ye göre daha az oranda olmakla beraber, hidroksiapatitteki kalsiyum ile iyonik bağ oluşturabildiğini göstermiştir. Ancak oluşan Ca-MET tuzunun çözünürlüğü yüksektir ve bu nedenle çok stabil değildir (51). MAC-10 Japon üretici Tokuyama'nın ürünlerinde bulunur. 10-MDP gibi MAC-10'in 10 karbon atomundan oluşan bir ara halkası vardır. Suda sınırlı miktarda çözünür ve bu nedenle hidrofobiktir (51).

2.3.1.2. Monofonksiyonel Monomerler

Monofonksiyonel ve difonksiyonel monomerler sıvı haldeki adezivin karıştırılabilirliği, akışkanlığı, ıslatma ve bir film tabakası oluşturma, monomer penetrasyonu ve polimerizasyon reaktivitesi gibi özellikleri ile sertleştirilmiş katı haldeki adezivin mekanik dayanıklılık, su alımı ve hidrolitik veya enzimatik degradasyona dayanıklılık gibi özelliklerini etkiler (49). HEMA, self-etch adeziv sistemlerde en çok kullanılan monofonksiyonel monomer olmakla birlikte HPMA ve HPPMA daha az kullanılır (49). HEMA su, etanol ve/veya asetonda iyi çözünen hidrofilik bir sıvıdır. HEMA, dentinin ıslanabilirliğini artırır (49,51). Ancak, polimerize olmuş ve polimerize olmamış halde HEMA, kolayca su absorbe eder. Jacobsen ve Söderholm, HEMA içeren adezivlerin su kontaminasyonuna daha hassas olduklarını öne sürmüşlerdir (51). HEMA, hidrofilik ve hidrofobik bileşenler içeren solüsyonların stabilitesini artırır ve bileşenleri solüsyon içerisinde tutar (47,51).

2.3.1.3. Çapraz Bağlayıcı Monomerler

Çapraz bağlayıcı dimetakrilatlar polimer ağın oluşmasında kullanılırlar (49,51). Bu monomerler, jel-etkisiyle polimerizasyon oranını artırır, polimer

ağın mekanik özelliklerini iyileştirir, oluşan çapraz bağlayıcı tabaka suda çözünmez ve polimer ağın yoğunluğu arttıkça şişme derecesini azaltırlar (49). En yaygın çapraz bağlayıcı dimetakrilatlar Bis-GMA, UDMA, GDMA ve TEGDMA'dır (49,51,52). Dimetakrilatlar akışkanlık, polarite ve suda çözünürlük, polimerizasyon büzülmesi, film tabakası oluşturma ve reaktivite gibi özellikler taşır (49). Bis-GMA yüksek reaktivite ve yüksek akışkanlık ile suda düşük çözünürlük gösterir (49). TEGDMA ve GDMA'nın ise akışkanlığı az ve suda çözünürlüğü daha yüksektir (49). Su absorpsiyon miktarları TEGDMA > Bis-GMA > UDMA şeklinde sıralanabilir. Bis-GMA, TEGDMA ve UDMA sertleştirilmemiş adeziv rezinde vizkozite ve sertleştirilmiş rezinde mekanik özellikler üzerine etki eder (51). Ancak bu dimetakrilatlar aköz asidik solüsyonlarda hidrolitik açıdan stabil değildir ve dioller ile metakrilik asitler oluştuğunda degrade olurlar (49).

2.3.2. Başlatıcı Sistemler

Rezinlerdeki monomerler radikal polimerizasyon reaksiyonu ile polimerize olurlar (49,51). Bu reaksiyonu ortaya çıkarmak için polimerizasyon reaksiyonu boyunca az miktarlarda başlatıcıya gereksinim vardır. İnisiyatörler atomik bağları olan moleküllerdir. Adeziv sistemlere ilave edilen başlatıcı miktarı başlatıcının ve adeziv sistemin tipine bağlıdır ancak genellikle ağırlıkça % 0.1-1.0'dır (51). Self-etch adeziv sistemlerdeki başlatıcılar foto inisiyatörler, kamforokinon sistemi, 1-Fenil-1,2 Propandione, asilfosfin oksitler ve kimyasal başlatıcılardır. Foto inisiyatörler, ışık enerjisinin absorpsiyonu ile birçok bileşiği serbest radikallere ayrıştırabilir. Keton (C=O) grubu içerir (51). Adezivlerdeki en popüler ko-başlatıcı sistemi kamforokinon ile kombine olandır. Mavi ışık ile uyarı sonrasında, "hidrojen ayrışması" ile radikalleri oluşturur. Kamforokinon, 468 nm pik absorpsiyonu ile 360-510 nm'lik geniş bir dalga boyu spektrumunu absorbe eden mükemmel bir foto inisiyatördür. Bu inisiyatör genellikle %0.03-0.1 gibi çok küçük miktarlarda

kullanılmasına rağmen, adeziv rezinin rengini etkiler (51). Kamforokinon ile kıyaslandığında, 1-Fenil-1,2 Propandione daha yüksek enerjili bir spektrumda absorbe olur ancak absorpsiyon profili görünür ışığa kadar uzanır (51). Asilfosfin oksitler ise spektrumun görünür ışık kısmına kadar uzanarak, ultraviyole ışığına yakın güçlü bir absorpsiyonları vardır (51). Kimyasal başlatıcıların kullanımı genellikle polimerizasyonun sadece ışık ile sertleşmeye bağlı olmadığı siman ve rezinler ile sınırlıdır. Kimyasal olarak sertleşen adezivlerde ko-inisiyator ve inisiyatorün karıştırılması gereklidir (51).

2.3.3. İnhibitörler

Adezivlerde en sık kullanılan inhibitörler bütılanlanmış hidroksi toluen, bütihidroksitoluen ve monometil eter hidrokinondur. Kompozitlerde ve hidrofobik adeziv rezinlerde daha çok bütihidroksitoluen kullanılmasına rağmen, monometil eter hidrokinon daha hidrofilik rezinlerde tercih edilir (51).

2.3.4. Çözücü

Çözücüler bir veya daha fazla maddeyi çözebilen maddelerdir. Bir çözücü bir katı ya da sıvıyı çözdüğünde, moleküller ya da iyonlar birbirinden ayrılırlar ve aralarındaki boşluklar çözücü tarafından doldurulur. Moleküllerin çözülebilirlik özellikleri polariteleri ile belirlenir. Polar olmayan ya da az polar bileşikler polar olmayan veya az polar olan çözücülerde çözünür; yüksek derecede polar olan bileşikler yüksek derecede polar çözücülerde çözünür (51).

Adezivlerde su, etanol ve aseton en sıklıkla kullanılan çözücülerdir. Su, güçlü polar bir çözücüdür. Çözücü kapasitesi büyük oranda güçlü H bağları oluşturabilme yeteneğine bağlıdır. Bununla beraber su, oldukça hidrofobik

olan organik içerikler için zayıf bir çözücüdür. Bu problem etanol ya da aseton gibi ikinci bir çözücü ilave edilerek giderilebilir (51). Suyun yüksek kaynama sıcaklığı ve düşük buhar basıncı bu çözücünün diş uygulandıktan sonra adeziv sistemlerden uzaklaştırılmasının güçleştirir. Tay ve ark., adeziv rezindeki fazla suyun bağlanma dayanımını olumsuz etkilediğini göstermiştir (51). Su gibi etanol da çözünen maddeler ile hidrojen bağları yapan polar bir çözücüdür. Düşük dielektrik sabiti nedeniyle etanol daha az polar sıvılar için daha uygun bir çözücüdür. Etanolün buhar basıncı daha yüksektir. Genellikle etanol, su ile birlikte kullanılır. Ayrıca, su-alkol karışımları azeotropdur ve bu özellik, su-etanol agregatlarının buharlaşmasına yol açan su ve etanol arasındaki bağların oluşmasını sağlar. Dolayısı ile adezivden daha fazla su uzaklaştırılır ve yüzeyin dehidratasyonu arttırılır. Self-etch adeziv sistemlerde çözücü olarak bulunan asetonun yüksek dipol momenti ve düşük dielektrik sabiti polar ve apolar bileşikleri çözmesini sağlar. Bu nedenle, hidrofobik ve hidrofilik bileşenleri birleştiren adezivler için aseton en iyi çözücüdür. Buhar basıncı suya göre dört kat daha büyüktür. Genellikle aseton, tek başına çözücü olarak kullanılır ancak self-etch adeziv sistemlerde su ile birlikte kullanılır. Asetonun suyu uzaklaştırma kapasitesi çok iyidir (51). Hidrojen bağlama kapasitesinin düşük olduğu dikkate alındığında aseton büzülmüş demineralize kollajeni açamaz (51).

2.3.5. Doldurucular

Kompozit rezinler ile kıyaslandığında adezivlerdeki doldurucuların miktarı ve içeriği büyük önem arz etmez (49). Adezivler her zaman doldurucu içermeyebilir. Doldurucu içeren adezivler doymuş, içermeyenler ise doymamış olarak adlandırılır. Direkt restorasyonları diş dokusuna bağlayan adeziv sistemler genellikle doldurucu partiküller içermezler (51). Adezivlerde kullanılan doldurucular sferik cam doldurucular, silikatlar, nanometre boyutundaki pirojenik silikalar ve iyon salabilen cam dolduruculardır (49).

Geleneksel dolduruculara ilaveten bazı adeziv sistemlerde florür iyonları salan ya da radyopasite sağlayan doldurucular bulunur. Kapsüllü pilosiloksan sodyum florür partikülleri florür iyonlarını sağlayan kaynaktır. Florürün kullanılma nedeni antikaryojenik aktivitesidir (49,51). Ayrıca florür içeren adeziv rezinlerde dentin ile meydana gelen bağın ömrünün arttığı gösterilmiştir (49).

2.3.6. Özel Bileşenler

Adeziv sistemlere ilave edilen özel bileşenler polialkenoik kopolimerler, glutraldehit, antibakteriyel ajanlar, boyalar ve monomer olmayan asitlerdir (49,51). Polialkenoik kopolimerlerin ilave edilmesinin nedeni neme karşı daha iyi bir stabilite sağlamaktır. Ancak, bu bileşiğin bağlanma dayanımına etkisi net değildir. Bazı araştırmacılar bu monomerin adeziv solüsyonunda çözünmediğini ve polimer içinde ayrı bir faz oluşturduğunu göstermişlerdir (51). Adeziv sistemlere glutraldehit hassasiyet giderici etkisi nedeniyle ilave edilmiştir (51). Ancak glutraldehitin biyouyumluluk problemleri mevcuttur, toksiktir, allerjendir ve hatta mutajenik etkileri vardır (51). Antibakteriyel ajanlar restorasyonun bakteriyel örtülenmesini sağlamak için adeziv sistemlere ilave edilmiştir. Polimerize olabilen antibakteriyel bir monomer olan MDPB Kuraray tarafından geliştirilmiştir (49). Bu monomer kullanıldığında adeziv sistem polimerizasyondan önce antibakteriyel etki, polimerizasyondan sonra ise bakteriyostatik etki gösterir (49). Bazı üretici firmalar adezivlerine boya ilave ederler. İki bileşenli sistemlerdeki boyalar her iki bileşenin doğru karıştırıldığını renk değişikliği ile gösterirler (49). Adeziv ışık ile sertleştirildiğinde renk değişikliği ortadan kalkar (49). Maleik asit ve silisik asit adezivlere ilave edilen ve primerin asiditesini etkileyen asitlerdir (51).

3. BAĞLANMA DAYANIMININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Klinik çalışmalar restorasyonların test edilmesi açısından önemlidir ancak ağız ortamında restorasyonlara gelen çeşitli streslerin devamlı etkileri başarısızlığın gerçek nedenini ortaya çıkaramayı engeller. Laboratuvar testleri, genellikle tek bir değişkenin etkisini ölçerken diğer değişkenleri sabit alarak değerlendirir (13). Bu testlerin sonucunda materyallerin uygun olarak kullanılması ve seçimi ile ilgili klinisyenlere net öneriler sunulabilir. Genellikle, yeni materyallerin ya da tekniklerin ortaya çıkmasında laboratuvar testleri kolay, hızlı ve ucuz yöntemlerdir. Özel bir test kurgusu içerisinde adeziv materyallerin etkinliklerini değerlendirmede kullanışlıdır. Klinik koşulların tamamen aynı şekilde taklit edilmesi çok zor olmasına rağmen restorasyonların uzun dönemde klinik koşullardaki davranışlarının tahmin edilmesi amaçlanmalıdır (13,42).

3.1. Bağlanma Dayanımı Testi

Ağız ortamında restorasyon ve diş arasındaki ara yüzey sürekli olarak farklı kuvvetlere maruz kalır. Kompozitin sertleşmesi sırasında rezindeki büzülme kavite duvarından uzaklaşmasına neden olabilecek düzeyde bağ üzerine bir stres uygular. Fonksiyon sırasında, çiğneme sonucu ortaya çıkan mekanik stresler, sıcaklıktaki değişimlere bağlı olarak meydana gelen termal ve kimyasal stresler ve pH, koroziv etkilerin bir sonucu olarak bağın bütünlüğünü etkileyecektir. Bağlanma dayanımı testinin mekanizması “bir adezivin gerçek bağlanma kapasitesi ne kadar yüksek ise bu tarz streslere direnci o kadar yüksek ve restorasyonun *in vivo* koşullarda devamlılığı o kadar uzundur” şeklinde açıklanabilir (13,53). Bağlanma dayanımı testlerinden elde edilen veriler örneğin şekli, yüzey alanının büyüklüğü, kompozit tipi ve vb. gibi parametreler açısından laboratuvarlar arasında farklılık gösterebilir ve test

kurgusuna bağlıdır. Bu nedenle dünya çapındaki laboratuvarlar arasında bağlanma dayanımı verilerinin farklılık göstermesi normaldir (13,54).

Gerilme, çapraz ve makaslama gibi kütleli mekanik testler adezivlerin arayüz özelliklerini değerlendirmede yaygın olarak kullanılır (28,42,53). Adezivler ve diş yapısı arasındaki bağlanmanın değerlendirilmesinde tek eksenli gerilme veya makaslama bağlanma testleri oldukça geniş mine ve/veya dentin alanlarına uygulanır (55,28).

3.1.1. Gerilme Bağlanma Dayanımı Testi

Gerilme bağlanma dayanımı testi makro gerilme bağlanma dayanımı testi ve mikrogerilme bağlanma dayanımı testi olarak ikiye ayrılır. Makro gerilme bağlanma dayanımı testinde büyük kütleler halindeki kompozitleri diş yapılarına bağlayan adezivler test edilirken, mikrogerilme bağlanma dayanımı testinde küçük boyutlardaki mine ve/veya dentin alanlarına adezivlerin bağlanması değerlendirilir.

Mikrogerilme bağlanma dayanımı (μ TBS) metodolojisi 1994 yılında Sano ve ark. tarafından geliştirilmiştir ve 1mm^2 'lik bağlanma alanı olan küçük örneklerin kullanımını önermiştir (13,54,56). Bu araştırmacılar, mikrogerilme bağlanma dayanımının bağlanan yüzey alanı ile ters orantılı olduğunu ve yüksek bağlanma dayanımı değerleri ölçülmesine rağmen, birçok kopmanın diş ve adeziv arasındaki ara yüzeyde meydana geldiğini göstermişlerdir (13).

Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi adeziv ve diş sert dokusu arasındaki arayüz dayanımını ölçebilen güvenilir adezyon test tekniğidir (57). Yeni çekilmiş diş bulmanın giderek daha zor hale gelmesinden dolayı da kullanılan diş sayısı açısından konservatif bir test tekniğidir (57). Mikrogerilme bağlanma dayanımı testinin bir avantajı, çürük ve sklerotik dentine olan bölgesel bağlanma dayanımlarının ve bağlanma etkinliklerinin ölçülebilir olmasıdır (13). Geleneksel bağlanma dayanımı testlerine kıyasla mikrogerilme bağlanma dayanımı testinde bir dişten bir çok örnek elde

edilmektedir ve bu bir avantaj oluşturmaktadır (58). Mikrogerilme bağlanma dayanımı testinde daha çok adeziv başarısızlık olmakla beraber, koheziv başarısızlık daha azdır ve daha yüksek arayüz bağlanma dayanımı değerleri elde edilir (56). Bu test bölgesel bağlanma dayanımlarının ölçülmesine olanak sağlar ve tek bir diş için ortalama ve varyanslar hesaplanabilir (56). Aynı zamanda düzensiz yüzeylerin bağlanma testine olanak verir (56). Mikrogerilme bağlanma testinde çok küçük örneklerin test edilmesi ve arayüz alanı yaklaşık olarak 1 mm^2 olduğundan başarısızlıkların taramalı elektron mikroskobu ile incelenmesi mümkündür (56). Mikrogerilme bağlanma dayanımı testinin temel dezavantajı, yoğun çalışma ve teknik donanım gerektiren hassas örnek hazırlama tekniğidir (13,56). Örneklerin hazırlanması sırasında mikro kırıkların oluşması engellenmelidir (13). Bu mikro kırıklar bağı zayıflatabilir ve gerçek bağlanma dayanımını düşürebilir (13). Test için özel bir donanımın gerekli olması ve 5 MPa altındaki bağlanma dayanımlarının hesaplanamaması dezavantajdır (56).

Mikrogerilme bağlanma dayanımı testinde adeziv rezin mine veya dentine uygulanır ve kompozit rezin ile kaplanır (56,58). Kompozitin sertleştirilmesinden ve distile suda bekletilmesinden sonra kompozit blok dikey yönde adeziv arayüzüne dik olacak ve 5-6 dilim oluşturacak şekilde düşük hızda dönen elmas kesme diski ile kesilir (56,58). Daha sonra diş 90 derece döndürülür ve 5-6 dilim daha elde edilir (56,58). Bu şekilde bir büyük azı dişinden birçok örnek elde edilebilir. Elde edilen örnekler iki farklı şekilde hazırlanabilir (59). Örneklere elle ya da yarıotomatik bir cihaz kullanılarak şekil verilebilir veya örnekler düz bırakılabilir (59).

Örnekler, mikrogerilme bağlanma testi cihazına, paslanmaz çelikten yapılmış bir test aracı ile siyanoakrilat bir yapıştırıcı kullanılarak sabitlenir ve yerleştirilir. Bu örneklerin sabitlendiği yüzeyler düz veya çentikli olabilir. Çentikli test aracı kullanılarak yapılan bir mikrogerilme testi çalışmasında, daha yüksek değerler elde edilmiştir (59). Bu çalışmada paslanmaz çelikten yapılmış çentikli test araçları kullanılmıştır.

Bir basamaklı self-etch adezivler etch&rinse ve iki basamaklı self-etch adezivlere göre minede belirgin olarak daha düşük mikrogerilme bağlanma dayanımları göstermiştir (13).

Dentinde en düşük mikrogerilme bağlanma dayanımı sonuçları yine bir basamaklı self-etch adezivlerle elde edilmiştir (13). Ancak yeni geliştirilen ve farklı monomer yapıları içeren bir basamaklı self-etch adezivlerde diş dokularına bağlanma mekanizmaları iyileştirildiğinden dolayı daha yüksek bağlanma dayanımlarının elde edilmesi mümkündür. Bu adezivlerin ve mekanizmalarının test edilmesi ve değerlendirilmesi gereklidir.

Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi avantajları göz önüne alındığında adeziv sistemlerin bağlanma etkinliklerini değerlendirmede oldukça kullanışlı ve güvenilir bir yöntemdir. Bu nedenle yaygın kullanım alanı vardır.

3.1.2. Makaslama Bağlanma Dayanımı Testi

Makaslama testi bir materyalin makaslama dayanımını belirlemek için uygulanır. Bir materyalin kırılmadan ya da kopmadan önce maruz kalabileceği maksimum makaslama stresini ölçer. Makaslama kuvveti uygulanan alana bağlı olarak makaslama genellikle MPa olarak ifade edilir. Makaslama testi yaygın olarak adezivlerde uygulanır ve hem gerilme hem de çok amaçlı testlerde kullanılabilir (60).

Bu testin bir modifikasyonu kuvvetin lokalizasyonunun standartlaştırılmasının daha zor olduğu (13) ve klinik koşullardaki kuvvetleri daha iyi taklit eden mikromakaslama testidir (13,28). Yine de sonuçlar, mikrogerilme bağlanma dayanımı protokolünden elde edilenlerden çok farklı değildir. Bununla beraber, makaslama testinde 20 MPa'den daha yüksek bağlanma dayanımı değerlerinde diş yapılarında daha çok koheziv başarısızlık meydana gelecektir (13).

3.1.3. Push-Out Testi

Daha az yaygın olan bir diđer test push-out testidir. Bir dentin diskinin ortasındaki küçük rezin kompozit silindir itilir; böylece ara yüzeyde makaslama stresi meydana gelir. Bu tekniğin en büyük avantajı kopmanın adeziv ara yüzeyi boyunca meydana gelmesidir. Bununla beraber bu test zaman alıcıdır ve mineye bağlanma dayanımının değerlendirilmesinde uygulanamaz. Ayrıca, push-out verileri geleneksel makaslama bağlanma dayanımı testine benzerdir (13).

4. GEREÇ VE YÖNTEM

4.1. Materyal Seçimi

Çalışmada; Clearfil S³ (Kuraray, Osaka, Japonya), G-Bond (GC, Tokyo, Japonya), Xeno V (Dentsply, York, ABD) ve Bond Force (Tokuyama Dental Corporation, Tokyo, Japonya) olmak üzere dört adet bir basamaklı tek şişe kendinden asitli adeziv test edildi.

Kontrol grubu olarak hafif asidik (pH: 2) ve iki basamaklı kendinden asitli bir adeziv olan Clearfil SE (Kuraray, Tokyo, Japonya) ve aseton esaslı üç basamaklı asitlenen ve yıkanan bir adeziv olan One-Step (Bisco Inc, Schaumburg, Illinois, ABD) seçildi.

Tüm adezivler tek bir restoratif rezin materyal ile kullanıldı (Valux Plus/Z100, 3M ESPE, St Paul, MN, ABD). Tüm örnekler, universal bir mikrohürit kompozit rezin olan Valux Plus'ın A3 rengi kullanılarak hazırlandı. Çalışmada kullanılan materyaller, üretici firmaları, üretim numaraları, içerikleri ve uygulama şekilleri Çizelge 1'de ve Çizelge 2'de gösterilmiştir.

Polimerizasyon işlemlerinde bir quartz-tungsten-halojen ışık kaynağı (Demetron LC, Kerr, Orange, CA, ABD) kullanıldı. Bir radyometre ile yapılan düzenli kontroller sonucunda, cihazın ışık gücünün 600 mW/cm²'nin altına düşmediğinden emin olundu.

4.2. Dişlerin Toplanması

Bu laboratuvar çalışmasında kullanılacak olan çekilmiş dişler, Süleyman Demirel Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi Ağız Diş Çene Hastalıkları ve Cerrahisi Kliniğinden toplandı. Çürük ve restorasyon içermeyen ve florozis bulunmayan (Thylstrup ve Fejerskov İndeksi, TFI 0) toplam 61 adet insan üçüncü molar dişi seçildi (61). Dişler oda sıcaklığında %2'lik distile su içerisindeki sodyum azit solüsyonunda (Merck KGaA,

Damstadt, Almanya) saklandı ve çekimi takiben en fazla 6 ay içerisinde kullanıldı.

Çizelge 1: Çalışmada kullanılan materyaller

Materyal	Üretici Firma	Üretim No	Tipi	pH ¹	Yapısı ²
Clearfil S ³	Kuraray, Osaka, Japonya	00101A	Tek bileşenli, bir basamaklı kendinden asitli adeziv	2.7	10-MDP, HEMA, BisGMA, hidrofobik dimetakrilat, etil alkol, su, kamforokinon, koloidal silika
Bond Force	Tokuyama Dental, Tokyo, Japonya	029MM	Tek bileşenli, bir basamaklı kendinden asitli adeziv	2.3	Fosforik asit monomer, HEMA, BisGMA, TEGDMA, izopropil alkol, su, kamforokinon
G-Bond	GC, Tokyo, Japonya	0707261	Tek bileşenli, bir basamaklı kendinden asitli adeziv	2.0	4-MET, fosforik asit ester monomer, UDMA, TEGDMA, aseton, su, silika, inisiyator, stabilizator
Xeno V	Dentsply DeTrey, Konstanz, Almanya	0801002439	Tek bileşenli, bir basamaklı kendinden asitli adeziv	1.5	Asidik akrilik amidler, fonksiyonel fosforik asit ester, akrilik asit, bifonksiyonel akrilik amid, tersiyer butil alkol, su, inisiyator, stabilizator
Clearfil SE	Kuraray, Osaka, Japonya	Primer: 00799A Bond: 01165A	İki basamaklı kendinden asitli adeziv	Primer: 1.9 Bond: 1.6	Primer: 10-MDP, HEMA, hidrofilik dimetakrilat, su, inisiyator Bond: 10-MDP, HEMA, BisGMA, hidrofobik dimetakrilat, inisiyator, koloidal silika
One-Step	Bisco, Inc., Schaumburg, Illinois, ABD	Asit: 0600004567 Bond: 0700004642	İki basamaklı asitlenen ve yıkanan adeziv	Asit: <1 Bond: 4.3-4.5	Asit: %37'lik fosforik asit Bond: BPDM, HEMA, aseton
Valux Plus (Renk: A3)	3M ESPE, St. Paul, MN, ABD	7FH, 7FT, 7FX	Universal mikrohibrit kompozit rezin	—	BisGMA, TEGDMA, zirkonyum silika(0.01-3.5 µ, hacimce %71)
Protect Liner F (Renk: A3)	Kuraray, Okayama, Japonya	0064	Düşük viskoziteli kompozit rezin	—	BisGMA, TEGDMA, metakriloflorid metil metakrilat, koloidal silika, prepolimerize organik doldurucu, kamforokinon, akselerator, pigment

^{1,2}Üretici firmalardan elde edilen bilgilere göre hazırlanmıştır. Kısaltmalar için "Simgeler ve Kısaltmalar"a bakınız.

Çizelge 2: Çalışmada kullanılan materyallerin uygulama şekilleri

Materyal	Uygulama Şekli¹
Clearfil S ³	Bonding ajan uygulanır, 20 saniye beklenir, yüksek basınçlı hava ile 5 saniyeden fazla kurutulur, 10 saniye ışık ile sertleştirilir.
Bond Force	Bonding ajan uygulanır, 20 saniye beklenir, 5 saniye hava ile hafifçe kurutulur, 5 saniye yüksek basınçlı hava ile kurutulur, 10 saniye ışık ile sertleştirilir.
G-Bond	Bir fırça yardımı ile bonding ajan uygulanır, 5-10 saniye beklenir, yüksek basınçlı hava ile 5 saniye kurutulur, 10 saniye ışıkla sertleştirilir.
Xeno V	Bir-iki damla bonding ajan bonding kabına koyulur. Kaviteyi tamamen nemlendirecek şekilde iki kez uygulanır, 20 saniye hafifçe ovulur, 5 saniye hava ile kurutulur, 20 saniye ışıkla sertleştirilir.
Clearfil SE	Yeterli miktarda primer bonding kabına koyulur. Sünger bir uç veya fırça ile primer uygulanır, 20 saniye beklenir, hafif basınçlı hava ile kurutulur. Sünger bir uç veya fırça ile bonding ajan uygulanır, hafif basınçlı hava ile kurutulur, ışık ile 10 saniye sertleştirilir.
One-Step	Mine ve dentin yüzeyin %37'lik fosforik asit ile 15 saniye asitlenir, yıkanır. Yüzeyi parlak gösterecek derecede nemli bırakacak şekilde sünger bir uç ile fazla suyu emdirilir. Bir-iki damla bonding ajan bonding kabına koyulur. Bir fırça ile yüzeye en az iki tabaka bonding ajan uygulanır. Uygulamalar arasında fırça bonding ile tekrar nemlendirilir. Hafif basınçlı hava ile kurutulur, ışık ile 10 saniye sertleştirilir.
Valux Plus	İki mm'lik tabakalar halinde uygulanır, her tabaka ışık ile 20 saniye sertleştirilir, son tabaka ışık ile 40 saniye sertleştirilir.
Protect Liner F	Yeterli miktarda uygulanır, ışık ile 20 saniye sertleştirilir.

¹Üretici firmalardan elde edilen bilgilere göre hazırlanmıştır.

Dişlerin üzerindeki yumuşak ve sert doku kalıntıları bir periodontal küret ile uzaklaştırılarak, pomza ve su kullanılarak temizlendi ve diş yüzeyinde çürük, mine çatlağı vb herhangi bir defektin bulunup bulunmadığını anlamak için bir stereomikroskop ile incelendi. Daha sonra, mikrogerilme bağlanma dayanımı testi için, rastgele herbiri 3 adet dişten oluşan 12 gruba ayrıldı.

4.3. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı

4.3.1. Ön Çalışma

Bu laboratuvar çalışmasının her aşamasında gerekli olan standardizasyonun sağlanabilmesi için çalışmadaki tüm işlemler tek bir operatör tarafından gerçekleştirildi. Ayrıca örneklerin hazırlanması ve testin uygulanması sırasında araştırmacıya bağlı olarak meydana gelebilecek hataları en aza indirmek amacıyla bir ön çalışma yapıldı. Bu amaçla, 15 adet diş kullanılarak hazırlanan toplam 171 adet örneğe mikrogerilme bağlanma dayanımı testi uygulandı. Elde edilen değerler, adezivlere ait mikrogerilme bağlanma dayanımı değerlerine dahil edilmedi.

4.3.2. Mine Örneklerinin Hazırlanması

Minedeki mikrogerilme bağlanma dayanımı test edilecek olan her bir adeziv için 3 diş kullanıldı. Dişlerin kökleri mine-sement birleşiminin 2 mm altından kesildikten sonra, kimyasal olarak sertleşen bir akrilik rezinden (Imicryl, Konya, Türkiye) hazırlanmış 1.6 x 1.6 cm boyutundaki bloklar içerisine gömüldü.

Yüzey altı mine dokusunun açığa çıkarılması için dişlerin bukkal ve lingual/palatinal yüzeyleri su soğutması altında bir düşük devirli hassas kesme cihazı (Micracut125, Metkon, Bursa, Türkiye) ve elmas kesme diski (Dimos,

Metkon, Türkiye) ile prepare edildi (Şekil 1). Düz mine yüzeylerinin elde edilmesi ve uniform bir smear tabakası oluşturmak amacıyla örnekler bir otomatik polisaj cihazında (Labopol 5, Struers, Danimarka) su altında 180 grenli silikon karbit zımpara (Dempa-Pl, Metkon, Bursa, Türkiye) ile 15 saniye prepare edildi (24,62,63). Oluşturulan smear tabakasının tüm örneklerde standart olabilmesi için preparasyon süresi sabit tutuldu. Dişler yıkanıp kurutulduktan sonra, açığa çıkarılan yüzeyin sadece mine dokusu içerdiğinden emin olmak için örnekler bir stereomikroskop (S4E, Leica Microsystems, Almanya) ile dentin dokusunun varlığı açısından incelendi.



Şekil 1. Hassas kesme cihazı ve elmas kesme diski

Adezivin uygulanacağı alan stereomikroskop (S4E, Leica Microsystems, Almanya) aracılığıyla işaretlendi. Seçilen adezivler, hazırlanan mine yüzeylerine üretici firmaların önerilerine göre uygulandı (Çizelge 2). Adezyon işlemlerinden sonra, iki milimetreyi geçmeyen tabakalar halinde

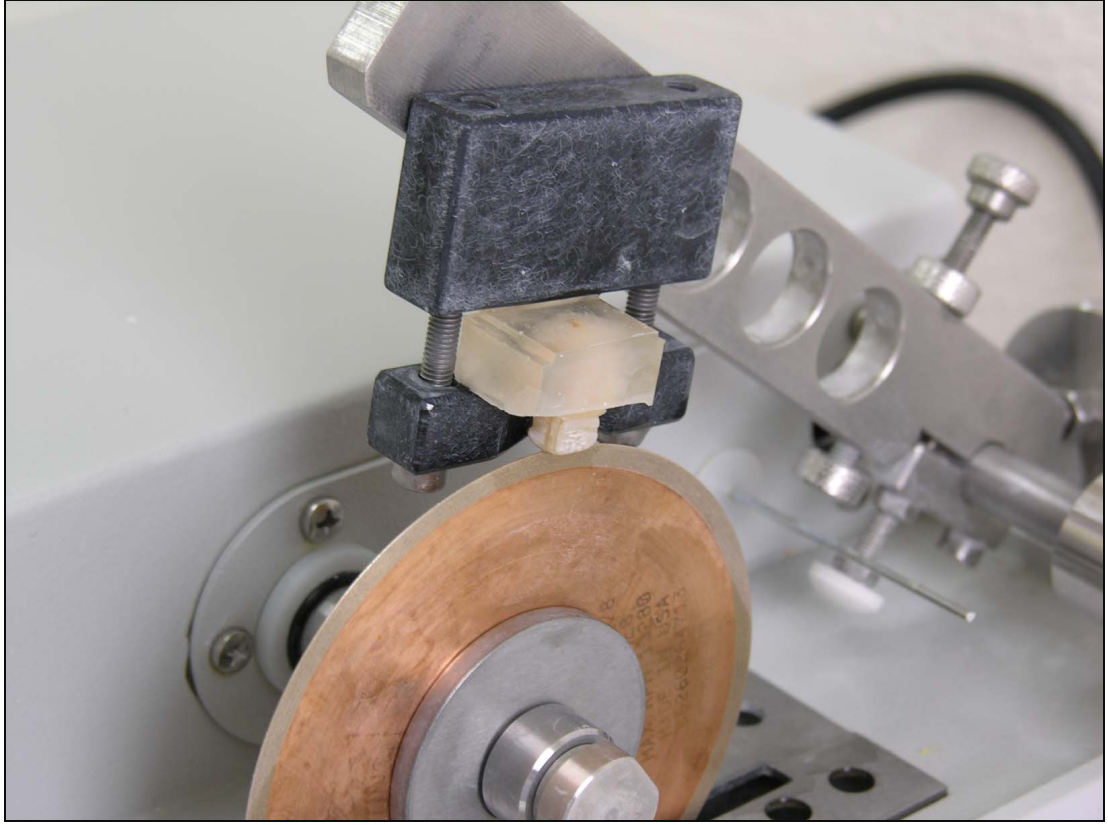
yerleştirilen restoratif rezin materyali (Valux Plus, 3M ESPE) ile 5-6 mm yüksekliğinde kompozit üst yapılar hazırlandı. Her bir tabaka 20 saniye, son tabaka ise 40 saniye görünür ışık cihazı ile polimerize edildi (Demetron LC, Kerr).

Örnekler mikrogerilme bağlanma dayanımı testinden önce 37°C'deki distile suda 24 saat etüvde bekletildi (Elektro-Mag, İstanbul, Türkiye).

4.3.3. Dentin Örneklerinin Hazırlanması

Dentindeki mikrogerilme bağlanma dayanımı test edilecek olan her bir adeziv için 5 diş kullanıldı. Dişlerin kökleri mine-sement birleşiminin 2 mm altından kesildikten sonra, kimyasal olarak sertleşen bir akrilik rezinden (Imicryl, Konya, Türkiye) hazırlanmış 1.6 x 1.6 cm boyutundaki bloklar içerisine gömüldü.

Dentin yüzeyinin açığa çıkarılması için oklüzal mine yüzeyi su soğutması altında bir düşük devirli hassas kesme cihazı (Micracut125, Metkon, Bursa, Türkiye) ve elmas kesme diski (Dimos, Metkon, Türkiye) ile prepare edildi (Şekil 2). Düz dentin yüzeylerinin elde edilmesi ve uniform bir smear tabakası oluşturmak amacıyla örnekler bir otomatik polisaj cihazında (Labopol 5, Struers, Danimarka) su altında 180 grenli silikon karbit zımpara (Dempa-Pl, Metkon, Bursa, Türkiye) ile 15 saniye prepare edildi (24,62,63). Oluşturulan smear tabakasının tüm örneklerde standart olabilmesi için preparasyon süresi sabit tutuldu. Dişler yıkanıp kurutulduktan sonra, açığa çıkarılan yüzeyin sadece dentin dokusu içerdiğinden emin olmak için örnekler bir stereomikroskop (S4E, Leica Microsystems, Almanya) ile mine ve pulpa dokusunun varlığı açısından incelendi.



Şekil 2. Hassas kesme cihazında dentin örneklerinin hazırlanması

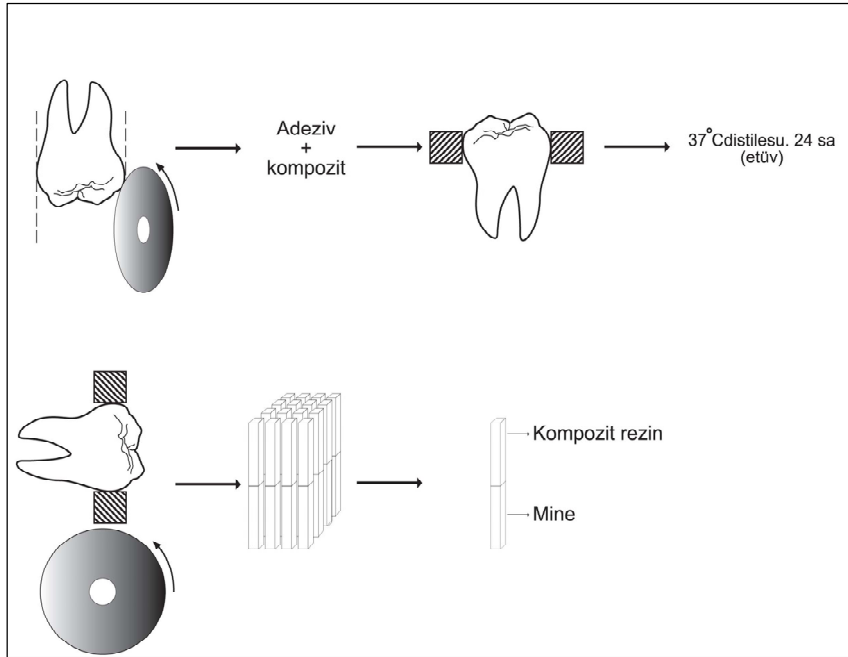
Adezivin uygulanacağı alan stereomikroskop (S4E, Leica Microsystems, Almanya) aracılığıyla işaretlendi. Seçilen adezivler, hazırlanan dentin yüzeylerine üretici firmaların önerilerine göre uygulandı (Çizelge 2). Adezyon işlemlerinden sonra, iki milimetreyi geçmeyen tabakalar halinde yerleştirilen restoratif rezin materyali (Valux Plus, 3M ESPE) ile 5-6 mm yüksekliğinde kompozit üst yapılar hazırlandı. Her bir tabaka 20 saniye, son tabaka ise 40 saniye görünür ışık cihazı ile polimerize edildi (Demetron LC, Kerr).

Örnekler mikrogerilme bağlanma dayanımı testinden önce 37°C'deki distile suda 24 saat etüvde bekletildi (Elektro-Mag, İstanbul, Türkiye).

4.3.4. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Test Örneklerinin Hazırlanması²

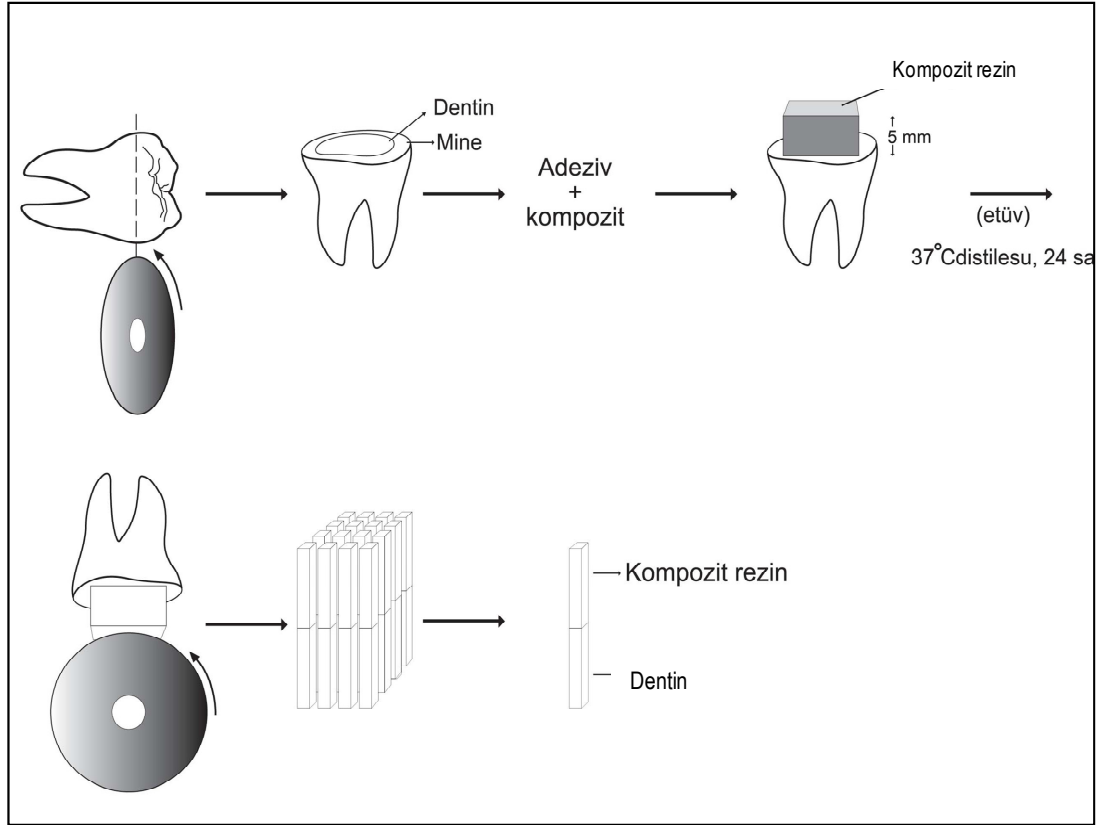
Dişler, su soğutması altında bir düşük devirli hassas kesme cihazı (Micracut125, Metkon, Türkiye) ve elmas kesme diski (Dimos, Metkon, Türkiye) ile kare kesitli rezin-mine ve rezin-dentin örnekleri elde etmek üzere bağlanma yüzeyine dik olarak kesildi (Şekil 3 ve 4). Hassas kesme cihazının adımları dijital olarak ayarlanarak, kalınlığı 0.3 mm olan elmas kesme diski ile yaklaşık 1.0x1.0 mm genişliğinde ve 8-9 mm uzunluğunda kare kesitli çubuk şeklinde örnekler elde edildi

Elde edilen örnekler (Şekil 5), bağlanma yüzeyinin zarar görmediğinden ve preparasyonun rezin-mine veya rezin-dentin ara yüzeyine dik yapıldığından emin olmak için bir stereomikroskop ile incelendi (S4E, Leica Microsystems, Almanya).

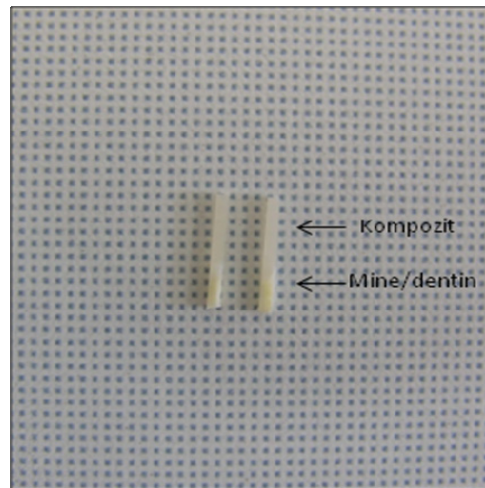


Şekil 3. Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi için mine örneklerinin hazırlanması

² Mine ve dentin örneklerinin hazırlanması, Süleyman Demirel Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı Araştırma Laboratuvarında yapıldı.



Şekil 4. Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi için dentin örneklerinin hazırlanması



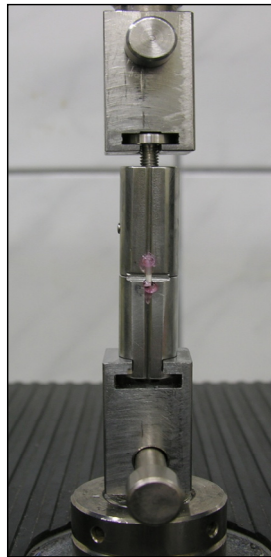
Şekil 5. Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi için hazırlanmış örnekler

Bağlanma ara yüzeyi düz bir hat şeklinde olmayan veya zarar görmüş olan örnekler çalışmadan çıkarıldı. Her bir diştten mine için ortalama 10 ve dentin için ortalama 11 adet örnek elde edildi.

4.3.5. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Testi

Örnekler, daha sonra mikrogerilme bağlanma dayanımı test araçlarının (çentikli test araçları) orta bölümünde bulunan çentiklere uygun olarak yerleştirildi (64). Örnekler, test aracına, her iki ucundan siyanoakrilat bir yapıştırıcı (Zapit, Dental Ventures of America Inc, Corona, CA, ABD) ile sabitlendi ve bu sırada yapıştırıcının ve hızlandırıcısının bağlanma yüzeyine bulaşmamasına dikkat edildi (Şekil 6)³.

Örnekler kırılma elde edilinceye kadar universal test cihazında (LR 5K Lloyd, İngiltere) 1mm/dk'lık hızda 100 N'luk gerilme kuvveti uygulanarak strese maruz bırakıldı⁴. Mikrogerilme bağlanma dayanımı test cihazı Şekil 7'de gösterilmiştir.



Şekil 6. Test aracına sabitlenmiş örnek

³ Mikrogerilme bağlanma dayanımı test araçları, Leuven Katolik Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi, Konservatif Diş Tedavisi Anabilim Dalı, BIOMAT Araştırma Laboratuvarında yapıldı.

⁴ Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi, Süleyman Demirel Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümü Fiziksel Kontrol Test Laboratuvarında yapıldı.

Örneklerin boyutları bir dijital kumpas (Mitutoyo, Kawasaki, Japonya) ile ölçülerek bağlanma yüzey alanı saptandı. Kırılma anındaki kuvvetin (N) bağlanma yüzey alanına (mm^2) bölünmesiyle elde edilen mikroyerilme bağlanma dayanımı değeri megapaskal (MPa, N/mm^2) cinsinden ifade edildi.



Şekil 7. Mikroyerilme bağlanma dayanımı test cihazı

Tüm örnekler, hazırlanmaları ve test işlemleri süresince nemli tutuldu. Testten önce (hazırlanmaları veya test araçlarına yerleştirilmeleri sırasında vs) başarısız olan örneklerin sayısı kaydedildi ve mikroyerilme bağlanma

dayanımı değeri 0 MPa olarak alınarak hesaplama sırasında ortalamaya dahil edildi.

4.4. Başarısızlık Tipleri

4.4.1. Işık Mikroskobu ile Değerlendirme

Mikrogerilme bağlanma dayanımı testinden sonra elde edilen kırılma yüzeyleri, x50 büyütmede bir stereomikroskop (S4E, Leica Microsystems, Almanya) ile incelenerek başarısızlık tipleri belirlendi (Şekil 8). Değerlendirme, örneğin hem kompozit tarafının hem de mine veya dentin tarafının incelenmesi ile yapıldı. Her bir başarısızlık tipine ait ikişer örnek, stereomikroskop yardımı ile görüntülendi.

Başarısızlık tipleri adeziv tip başarısızlık, koheziv tip başarısızlık (adeziv rezinde koheziv başarısızlık, kompozit rezinde koheziv başarısızlık ve dentinde koheziv başarısızlık) ve karışık tip başarısızlık olarak kaydedildi. Başarısızlık tiplerinin tanımı aşağıdaki gibi yapıldı (65):

Adeziv tip başarısızlık: Mine veya dentin tarafındaki ara yüzeyde %25'den daha az oranda adeziv rezin, kompozit rezin ve/veya mine/dentin bulunmasıdır.

Adeziv rezinde koheziv başarısızlık: Mine veya dentin tarafındaki ara yüzeyde %75 veya %75'den daha fazla adeziv rezin bulunmasıdır.

Kompozit rezinde koheziv başarısızlık: Mine veya dentin tarafındaki ara yüzeyde %75 veya %75'den daha fazla kompozit rezin bulunmasıdır.

Minede veya dentinde koheziv başarısızlık: Kompozit tarafındaki ara yüzeyde %75 veya %75'den daha fazla mine veya dentin bulunmasıdır.

Karışık tip başarısızlık: Ara yüzeyde bazı alanlarda adeziv başarısızlık ve bazı alanlarda koheziv başarısızlık (adeziv rezin, kompozit rezin ve/veya mine/dentin) olmasıdır.



Şekil 8. Stereomikroskop

4.4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu ile Değerlendirme

Başarısızlık tiplerinin elektron mikroskobik analizi için, en çok gözlenen başarısızlık tipini gösteren ve mikrogerilme bağlanma dayanımı değeri ortalamasına yakın olan 2 adet örnek seçildi.

4.4.2.1. Örneklerin hazırlanması

Örneklere ait kırılma yüzeyleri, taramalı elektron mikroskop incelemesi için gerekli olan prosedürlere göre hazırlandı (66). Buna göre, seçilen örnekler hemen 0.1 M sodyum kakodilat (Electron Microscopy Sciences, ABD) ile tamponlanmış pH'ı 7.4 olan %2.5'luk gluteraldehit solüsyonuna (Merck KGaA, Darmstadt, Almanya) yerleştirildi ve 4°C'de, en az 12 saat saklandı.

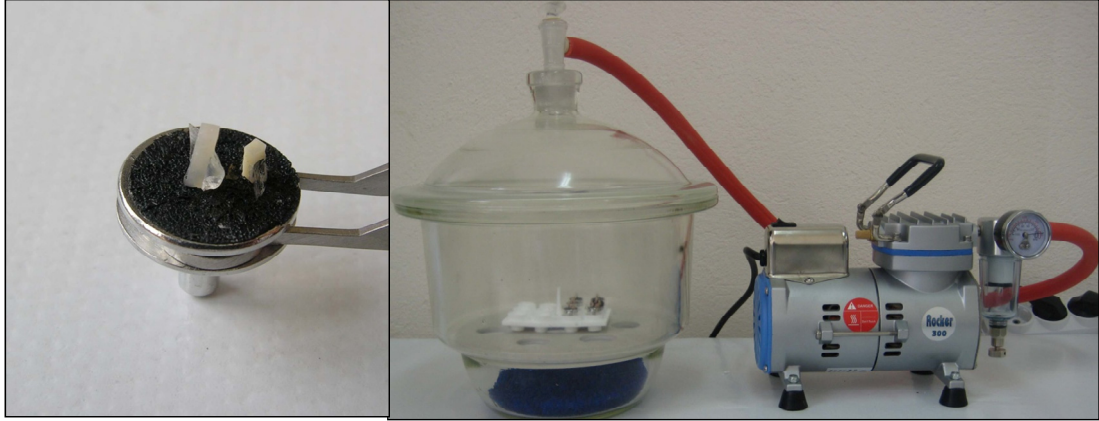
Fiksasyondan sonra pH'ı 7.4 olan 0.2 M sodyum kakodilat tamponu ile 3 kez 20'şer dakika ve takiben distile su ile 1 dakika yıkandı. Artan konsantrasyonlarda etanol solüsyonunda (Merck KGaA, Damstadt, Almanya) dehidrate edildi. Bunun için sırasıyla %25, %50 ve %75'lik etanolde 20'şer dakika, %95'lik etanolde 30 dakika ve %100'lük etanolde 60 dakika bekletildi. Kimyasal kurutma işlemi için %98'lik hekzametildisilazan solüsyonunda (Merck, Schuchardt, OHG, Hohenbrunn, Almanya) 10 dakika bekletildi. Solusyondan çıkarılan örnekler, kapaklı cam bir şişe içindeki filtre kağıdının üzerinde oda sıcaklığında kurutuldu. Son olarak, bir karbon yapıştırıcı (Electron Microscopy Sciences, ABD) aracılığıyla numune tutucuya monte edilen örnekler, tamamen kurumaları için bir vakumlu desikatörde 24 saat saklandı (Şekil 9).

Taramalı elektron mikroskobu ile incelenmeden önce örnekler plazma yöntemi kullanılarak gümüş ile kaplandı. Daha sonra örnekler bir taramalı elektron mikroskop ile (SEM, Vega II Lsu, Tescan, İngiltere) 10 kV ve 7-10 mm çalışma mesafesinde incelendi⁵ (Şekil 10).

4.5. İstatistiksel Analiz

Elde edilen veriler SPSS paket programı (Windows, SPSS 13.0) kullanılarak istatistiksel olarak değerlendirildi. Mikrogerilme bağlanma dayanımı değerleri, gruplar arasındaki farkların belirlenmesi amacıyla iki yönlü varyans analizi kullanılarak test edildi. Farklılıkların hangi gruplar arasında olduğunun saptanması ise Dunnet C çoklu karşılaştırmalı testi ile yapıldı.

⁵ SEM analizleri, Süleyman Demirel Üniversitesi Göller Bölgesi Teknokenti'nde yapıldı.



Şekil 9. Numune tutucuya yerleştirilmiş ve vakumlu desikatörde bekletilen örnekler.

4.6. Ara Yüzey Morfolojisi

4.6.1. Mine Örneklerinin Hazırlanması

Adeziv rezin ile mine arasındaki bağlanma yüzeyini incelemek amacıyla her bir adeziv için 2 adet çürüksüz insan molar dişi kullanıldı. Dişlerin kökleri mine-sement birleşiminin 2 mm altından kesildikten sonra, kimyasal olarak sertleşen bir akrilik rezinden (Imicryl, Konya, Türkiye) hazırlanmış 1.6 x1.6 cm boyutundaki bloklar içerisine gömüldü.

Yüzey altı mine dokusunun açığa çıkarılması için dişlerin bukkal ve lingual/palatinal yüzeyleri su soğutması altında düşük devirli hassas kesme cihazı (Micracut 125, Metkon, Bursa, Türkiye) ve elmas kesme diski (Dimos, Metkon, Türkiye) ile prepare edildi. Düz mine yüzeylerinin elde edilmesi ve uniform bir smear tabakası oluşturmak amacıyla örnekler bir otomatik polisaj cihazında (Labopol 5, Struers, Danimarka) su altında 180 grenli silikon karbit zımpara (Dempa-Pl, Metkon, Bursa, Türkiye) ile prepare edildi (24,62,63).



Şekil 10. Taramalı elektron mikroskobu

Oluşturulan smear tabakasının tüm örneklerde standart olabilmesi için preparasyon süresi sabit tutuldu ve 15 saniye olarak belirlendi. Dişler yıkanıp kurutulduktan sonra, açığa çıkarılan yüzeyin sadece mine dokusu içerdiğinden emin olmak için örnekler bir stereomikroskop (S4E, Leica Microsystems, Almanya) ile dentin dokusunun varlığı açısından incelendi.

Adezivin uygulanacağı alan stereomikroskop (S4E, Leica Microsystems, Almanya) aracılığıyla işaretlendi. Seçilen adezivler, hazırlanan mine yüzeylerine üretici firmaların önerilerine göre uygulandı (Çizelge 2). Adezyon işlemlerinden sonra, mine yüzeyleri 2 mm kalınlığında ışıkla sertleşen akışkan kompozit rezin materyali (Clearfil Protect Bond Liner,

Kuraray, Tokyo, Japonya) ile kaplandı ve görünür ışık cihazı kullanılarak 40 s polimerize edildi (Demetron LC, Kerr).

Örnekler 37°C'deki distile suda ve etüvde 24 saat bekletildi (Elektro-Mag, İstanbul, Türkiye). Daha sonra su soğutması altında düşük devirli hassas kesme cihazı (Micracut125, Metkon, Türkiye) ve elmas kesme diski (Dimos, Metkon, Türkiye) ile bukkolingual yönde rezin-mine arayüzüne dik olarak kesildi. Böylelikle, her bir diştten iki adet bağlanma ara yüzeyi elde edildi.

4.6.2. Dentin Örneklerinin Hazırlanması

Adeziv rezin ile dentin arasındaki bağlanma yüzeyini incelemek amacıyla her bir adeziv için 2 adet çürüksüz insan molar dişi kullanıldı. Dişlerin kökleri mine-sement birleşiminin 2 mm altından kesildikten sonra, kimyasal olarak sertleşen bir akrilik rezinden (Imicryl, Konya, Türkiye) hazırlanmış 1.6 x 1.6 cm boyutundaki bloklar içerisine gömüldü.

Dentin yüzeyinin açığa çıkarılması için okluzal mine yüzeyi su soğutması altında bir düşük devirli hassas kesme cihazı (Micracut125, Metkon, Bursa, Türkiye) ve elmas kesme diski (Dimos, Metkon, Türkiye) ile prepare edildi. Düz dentin yüzeylerinin elde edilmesi ve uniform bir smear tabakası oluşturmak amacıyla örnekler bir otomatik polisaj cihazında (Labopol 5, Struers, Danimarka) su altında 180 grenli silikon karbit zımpara (Metkon, Bursa, Türkiye) ile prepare edildi (24,62,63). Oluşturulan smear tabakasının tüm örneklerde standart olabilmesi için preparasyon süresi sabit tutuldu ve 15 saniye olarak belirlendi. Dişler yıkanıp kurutulduktan sonra, açığa çıkarılan yüzeyin sadece dentin dokusu içerdiğinden emin olmak için örnekler bir stereomikroskop (S4E, Leica Microsystems, Almanya) ile mine ve pulpa dokusunun varlığı açısından incelendi.

Adezivin uygulanacağı alan stereomikroskop (S4E, Leica Microsystems, Almanya) aracılığıyla işaretlendi. Seçilen adezivler, hazırlanan dentin yüzeylerine üretici firmaların önerilerine göre uygulandı (Çizelge 2).

Adezyon işlemlerinden sonra, dentin yüzeyleri 2 mm kalınlığında ışıkla sertleşen akışkan kompozit rezin materyali (Clearfil Protect Bond Liner, Kuraray, Tokyo, Japonya) ile kaplandı ve görünür ışık cihazı kullanılarak 40 saniye polimerize edildi (Demetron LC, Kerr).

Örnekler 37°C'deki distile suda ve etüvde 24 saat bekletildi (Elektro-Mag, İstanbul, Türkiye). Daha sonra su soğutması altında bir düşük devirli hassas kesme cihazı (Micracut125, Metkon, Türkiye) ve elmas kesme diski (Dimos, Metkon, Türkiye) ile oklüzogingival yönde rezin-dentin arayüzüne dik olarak kesildi. Böylelikle, her bir dişten iki adet bağlanma ara yüzeyi elde edildi.

4.6.3. Metalografik Polisaj

Kesilen her bir bukkal/lingual mine ve dentin yüzeyinden elde edilen ikişer örnek bağlanma arayüzü açıkta kalacak şekilde kimyasal olarak sertleşen bir epoksi rezine (EpoFix Resin, Struers, Danimarka) gömüldü. Epoksi rezin, rezin ve sertleştirici materyalin üretici firmanın önerdiği miktarlarda ve hava kabarcığı kalmayacak şekilde iki dakika süre ile karıştırılmasıyla hazırlandı. İki dakika daha beklendikten sonra örneklerin içinde bulunduğu teflon kalıplara döküldü. Polimerizasyonun tamamlanması için 12 saat oda sıcaklığında bırakıldı.

Daha sonra epoksi kalıplar, otomatik polisaj cihazında (Labopol 5, Struers, Danimarka) aşındırıldı ve polisajları yapıldı (Şekil 11). Bunun için sırasıyla 600, 800, 1000, 1200 ve 2000 grenli silikon karbit zımparalar (Metkon, Bursa, Türkiye) ile aşındırıldı⁶. Daha sonra sırasıyla 6 µm, 3 µm, 1 µm ve ¼ µm'lik elmas parlatma pastaları (Metkon, Bursa, Türkiye) ile kendilerine ait cila keçeleri (Metkon, Bursa, Türkiye) üzerinde polisajları yapıldı. Bu işlemler sırasında aynı zamanda kayganlaştırıcı bir solüsyon da

⁶ Metalografik polisaj işlemleri için, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Katihal Fiziği Anabilim Dalına ait otomatik polisaj cihazı kullanıldı.

kullanıldı. Her bir cilalama işleminden sonra örnekler 10 dakika distile su içerisinde ultrasonik temizleyiciye bırakıldı. Örnekler, en son cilalama işleminden sonra ise 20 dakika distile su içerisinde ultrasonik temizleyiciye konuldu.

Polisaj tamamlandıktan sonra örnekler, sırasıyla 10 saniye % 37,5'luk fosforik asit (Bisco, Schaumburg, ABD) ve 2 dakika % 5'lik sodyum hipoklorit içerisinde bekletildi. Solüsyondan çıkarılan örnekler 1 dakika distile su ile yıkandı ve kendi halinde kurumaya bırakıldı.



Şekil 11. Aşındırma ve metalografik polisaj cihazı

4.6.4. Taramalı Elektron Mikroskobu ile Deęerlendirme

Epoksi rezine gömülmüş olan rezin-mine ve rezin-dentin arayüzüne ait kesitler, taramalı elektron mikroskobunda incelenmek üzere hazırlandı. Buna göre örnekler artan konsantrasyonlarda etanol solüsyonunda (Merck KGaA, Damstadt, Almanya) dehidrate edildi. Bunun için sırasıyla %25, %50 ve %75'lik etanolde 20'şer dakika, %95'lik etanolde 30 dakika ve %100'lük etanolde 60 dakika bekletildi. Kimyasal kurutma işlemi için %98'lik heksametildisilazan solüsyonunda (Merck, Schuchardt, OHG, Hohenbrunn, Almanya) 10 dakika bekletildi. Solusyondan çıkarılan örnekler oda sıcaklığında 24 saat kurumaya bırakıldı. Son olarak, bir karbon yapıştırıcı aracılığıyla numune tutucuya monte edilen örnekler, tamamen kurumaları için bir vakumlu desikatörde 24 saat saklandı.

Taramalı elektron mikroskobu ile incelenmeden önce örnekler plazma yöntemi kullanılarak gümüş ile kaplandı. Daha sonra örnekler bir taramalı elektron mikroskop ile (SEM, Vega II Lsu, Tescan, İngiltere) 10 kV ve 7-10 mm çalışma mesafesinde incelendi.

5. BULGULAR

5.1. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Bulguları

5.1.1. Mineye Ait Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Bulguları

Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi uygulanan adezivlerin mineye olan ortalama mikrogerilme bağlanma dayanımı verileri ve standart sapmaları Çizelge 3'te özetlenmiş ve Çizelge 5'te gösterilmiştir. Karşılaştırmalı istatistiksel analizleri Çizelge 3'te verilmiştir. Onsekiz dişten toplam 203 örnek olmak üzere adeziv başına yaklaşık olarak 30 örnek elde edilmiştir. Bu örneklerin 169 tanesine mikrogerilme bağlanma dayanımı testi uygulanmıştır. Otuzdört örnek ise mikrogerilme bağlanma dayanımı testi öncesinde başarısız olmuş ve bu örnekler test öncesi başarısızlık olarak ifade edilerek, mikrogerilme bağlanma dayanımı değerleri 0 MPa olarak alınmıştır.

Test öncesi başarısızlık sadece 2 basamaklı etch&rinse adeziv sistem One Step'te görülmemiştir. En fazla test öncesi başarısızlık ise Clearfil S³'te görülmüştür.

İki yönlü ANOVA testi mikrogerilme bağlanma dayanımı sonuçları bakımından adezivler ve mine ile dentin arasında istatistiksel olarak fark olduğunu ve etkileşimin anlamlı olduğunu göstermiştir ($p < 0.005$). Dunnet C testi ile mineye bağlanma açısından adezivler arasında fark olup olmadığı belirlenmiş ve Çizelge 3'te gösterilmiştir. One-Step mineye en yüksek bağlanma dayanımı değerlerini göstermiştir ve diğer adezivlerle $p = 0.005$ anlamlılık düzeyinde istatistiksel olarak farklılık bulunmaktadır. Mineye en düşük mikrogerilme bağlanma dayanımı değeri ise G-Bond uygulanan grupta görülmüştür ancak One-Step hariç G-Bond ile diğer adezivler arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunamamıştır.

Çizelge 3. Mineye ait mikrogerilme bağlanma dayanımı sonuçları

Adeziv sistem	Mikrogerilme bağlanma dayanımı		Yüzey alanı		Test öncesi başarısızlık ²	Toplam örnek sayısı
	Ortalama ¹	Standart sapma	Ortalama	Standart sapma		
Clearfil S ³	14.32 ^a	12.05	1.20	0.29	10	38
Bond Force	11.54 ^a	8.74	1.08	0.14	9	36
G-Bond	10.23 ^a	9.29	1.16	0.21	5	34
Xeno V	10.35 ^a	8.06	1.13	0.14	9	35
Clearfil SE	14.73 ^a	6.85	1.07	0.27	1	35
One-Step	28.78 ^b	9.75	1.17	0.15	0	25

^{1,2}Aynı harflerle gösterilen ortalama mikrogerilme bağlanma dayanımı değerleri arasında istatistiksel olarak fark bulunmamaktadır ($p < 0.05$, Dunnet-C çoklu karşılaştırma); test öncesi başarısızlık gösteren örnekler, ortalama mikrogerilme bağlanma dayanımı hesaplamalarında 0 MPa olarak alınmıştır.

5.1.2. Dentine Ait Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Bulguları

Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi uygulanan adezivlerin dentine olan mikrogerilme bağlanma dayanımı verileri Çizelge 4'te özetlenmiş ve Çizelge 5'te gösterilmiştir. Karşılaştırmalı istatistiksel analizleri Çizelge 4'te verilmiştir. Ondokuz diştten toplam 221 örnek olmak üzere adeziv başına yaklaşık olarak 30 örnek elde edilmiştir. Bu örneklerin 208 tanesine mikrogerilme bağlanma dayanımı testi uygulanmıştır. Onüç örnek ise mikrogerilme bağlanma dayanımı testi öncesinde başarısız olmuş ve bu örnekler test öncesi başarısızlık olarak ifade edilmiştir.

Test öncesi başarısız örnekler en çok bir basamaklı bir bileşenli adeziv sistemlerde görülmüştür. Clearfil SE ve One-Step ise test öncesi başarısızlık göstermemiştir.

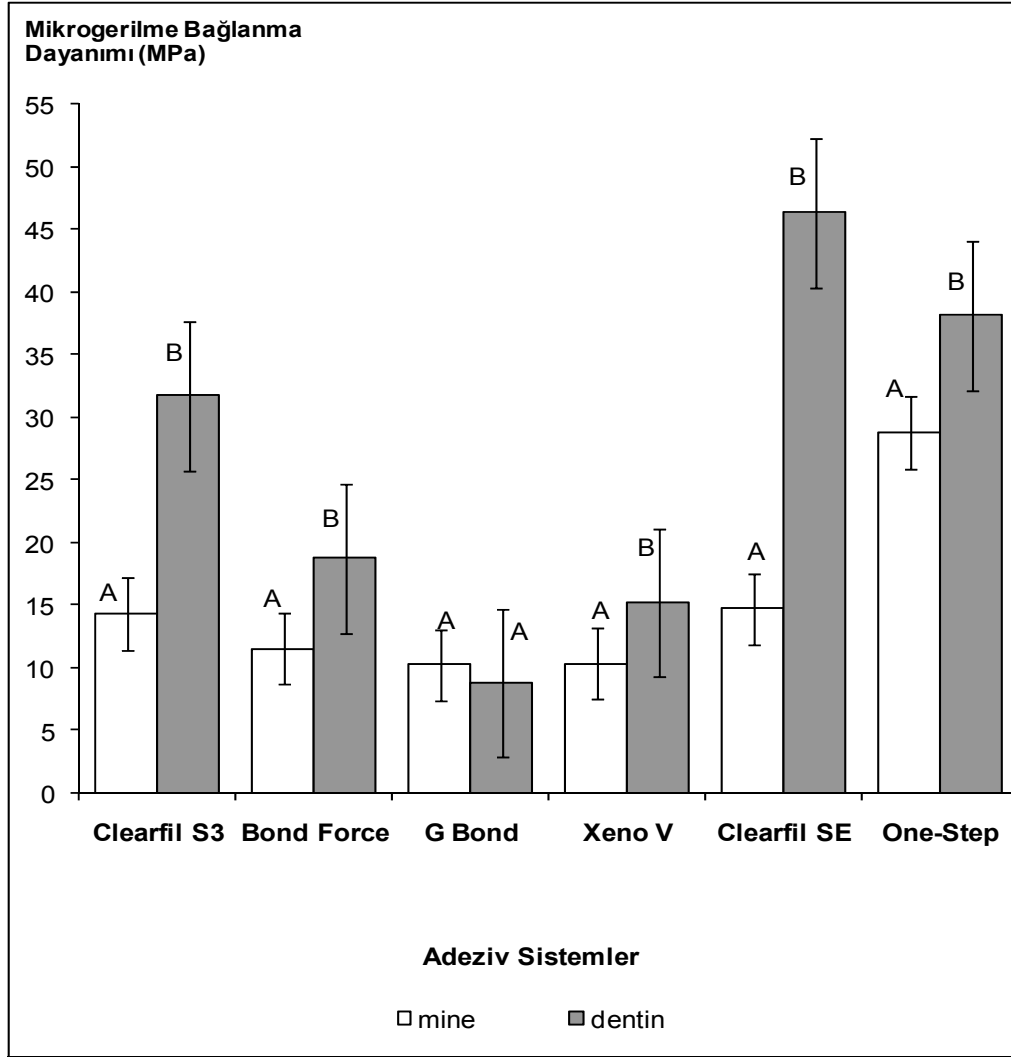
Çizelge 4. Dentine ait mikrogerilme bağlanma dayanımı sonuçları

Adeziv sistem	Mikrogerilme bağlanma dayanımı		Yüzey alanı		Test öncesi başarısızlık ²	Toplam örnek sayısı
	Ortalama ¹	Standart sapma	Ortalama	Standart sapma		
Clearfil S ³	31.71 ^a	18.80	0.97	0.07	3	26
Bond Force	18.75 ^b	10.65	1.07	0.12	3	34
G-Bond	8.80 ^c	5.79	1.04	0.16	4	30
Xeno V	15.23 ^b	8.80	1.07	0.11	3	36
Clearfil SE	46.34 ^d	12.92	0.95	0.05	0	51
One-Step	38.15 ^{a,d}	16.07	1.06	0.18	0	44

^{1,2}Aynı harflerle gösterilen ortalama mikrogerilme bağlanma dayanımı değerleri arasında istatistiksel olarak fark bulunmamaktadır ($p<0.05$, Dunnet-C çoklu karşılaştırma); test öncesi başarısızlık gösteren örnekler, ortalama mikrogerilme bağlanma dayanımı hesaplamalarında 0 MPa olarak alınmıştır.

Dunnet C testi ile adezivlerin dentin dokusuna bağlanma açısından aralarında fark olup olmadığı incelenmiştir. Clearfil SE'nin dentine en yüksek bağlanma dayanımı değerlerini göstermesine rağmen sadece One-Step, Clearfil SE ve Clearfil S³ ile arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark göstermiştir ($p<0.05$). Dentinde en düşük mikrogerilme bağlanma dayanımı değerleri ise G-Bond uygulanan grupta görülmüştür ve bu fark diğer adezivlerle kıyaslandığında istatistiksel olarak anlamlıdır ($p<0.05$).

Test edilen adezivlerin her birinin kendi içinde, mineye ve dentine olan mikrogerilme bağlanma dayanımı değerleri student t- testi ile değerlendirilmiştir ve G-Bond uygulanan grup hariç diğer gruplarda mine ve dentine bağlanmada istatistiksel olarak fark bulunmuştur ($p<0.05$).



Şekil 12. Adeziv sistemlerin mine ve dentindeki ortalama mikrogerilme bağlanma dayanımları. Barların üzerindeki çubuklar, standart sapmayı göstermektedir. Her bir adezivin mine ve dentine ait bağlanma dayanımı değerleri arasındaki istatistiksel fark, farklı harfler ile gösterilmiştir. ($p < 0.05$, Dunnet C çoklu karşılaştırma).

5.2. Başarısızlık Tipleri

5.2.1. Işık Mikroskobu ile Değerlendirme

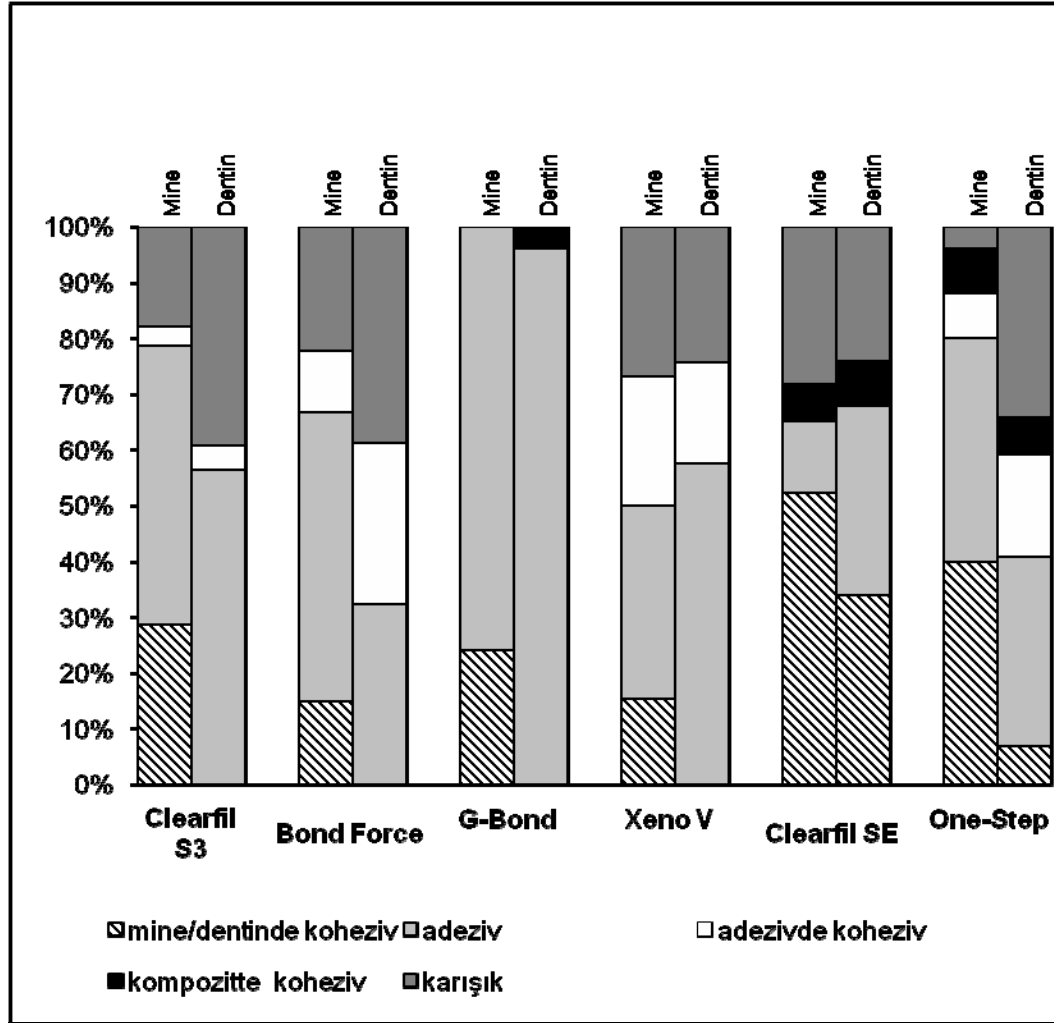
Test edilen adeziv sistemlerde mine ve dentine ait başarısızlık tipleri Çizelge 6'da ve Şekil 13'te gösterilmektedir. Başarısızlık tipleri adeziv,

adezivde koheziv, minede/ dentinde koheziv, kompozitte koheziv ve karışık olarak sınıflandırılmıştır.

Kontrol olarak alınan One-Step ve Clearfil SE'nin mine örneklerinde en çok minede koheziv ve adeziv tipte, dentinde ise en çok adeziv tipte başarısızlık görülmüştür. Clearfil S³ için minede ve dentinde en çok adeziv tipte başarısızlık kaydedilmiştir. Bond Force hem minede hem de dentinde en çok adeziv tipte başarısızlık göstermiştir. G-Bonde ve Xeno V'in mine ve dentinde en çok oluşturduğu başarısızlık tipi adeziv tiptir.

Çizelge 6. Işık mikroskobu ile yapılan inceleme sonucu elde edilen kopma tipleri.

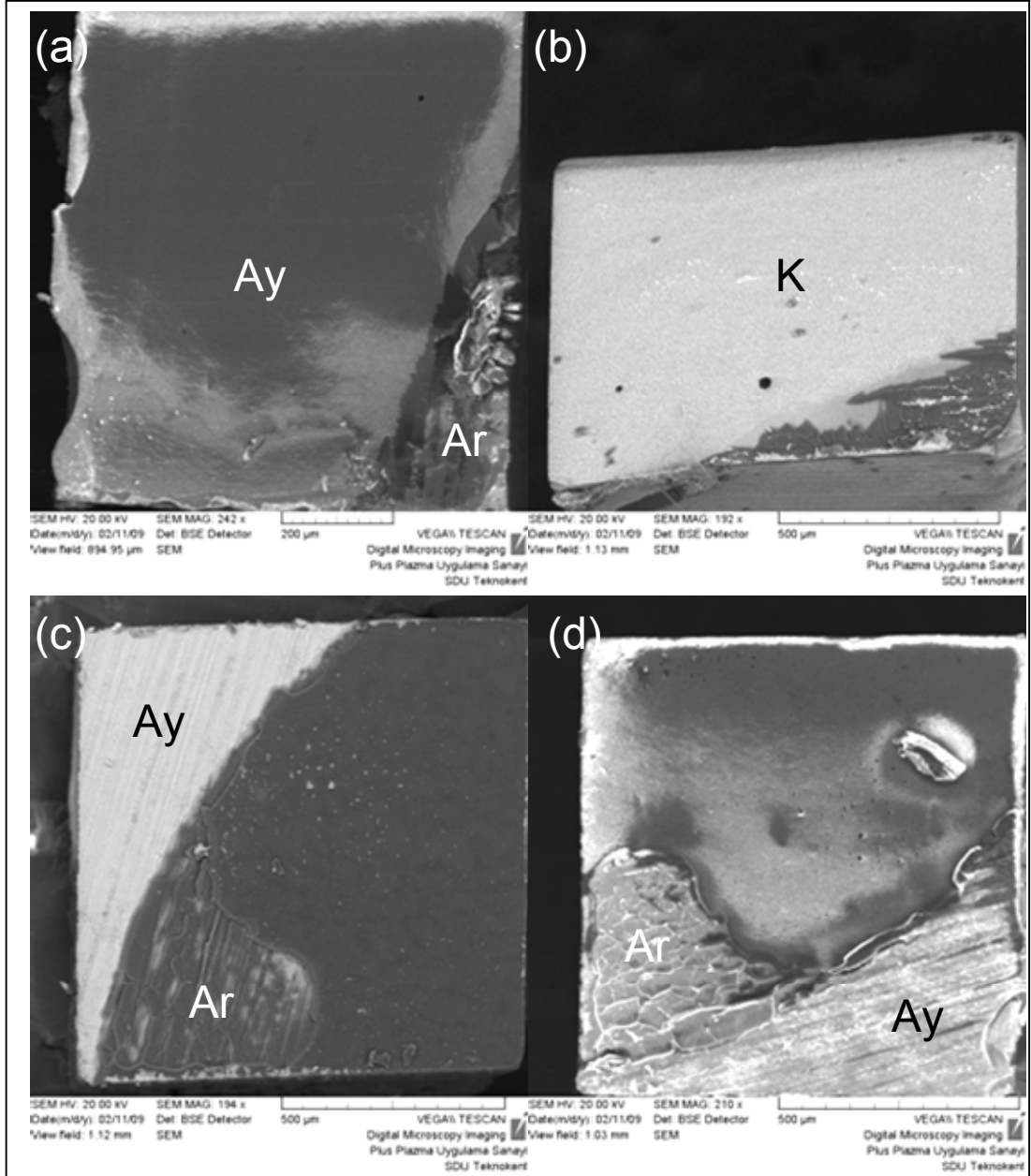
Mine	Mine/dentinde koheziv	Adeziv	Adezivde koheziv	Kompozitte koheziv	Karışık	N (toplam)
Clearfil S ³	8	14	1	0	5	28
Bond Force	4	14	3	0	6	27
G-Bond	7	22	0	0	0	29
Xeno V	4	9	6	0	7	26
Clearfil SE	24	6	0	3	13	46
One-Step	10	10	2	2	1	25
Dentin	Mine/dentinde Koheziv	Adeziv	Adezivde Koheziv	Kompozitte Koheziv	Karışık	N (toplam)
Clearfil S ³	0	13	1	0	9	23
Bond Force	0	10	9	0	12	31
G-Bond	0	25	0	1	0	26
Xeno V	0	19	6	0	8	33
Clearfil SE	17	17	0	4	12	50
One-Step	3	15	8	3	15	44



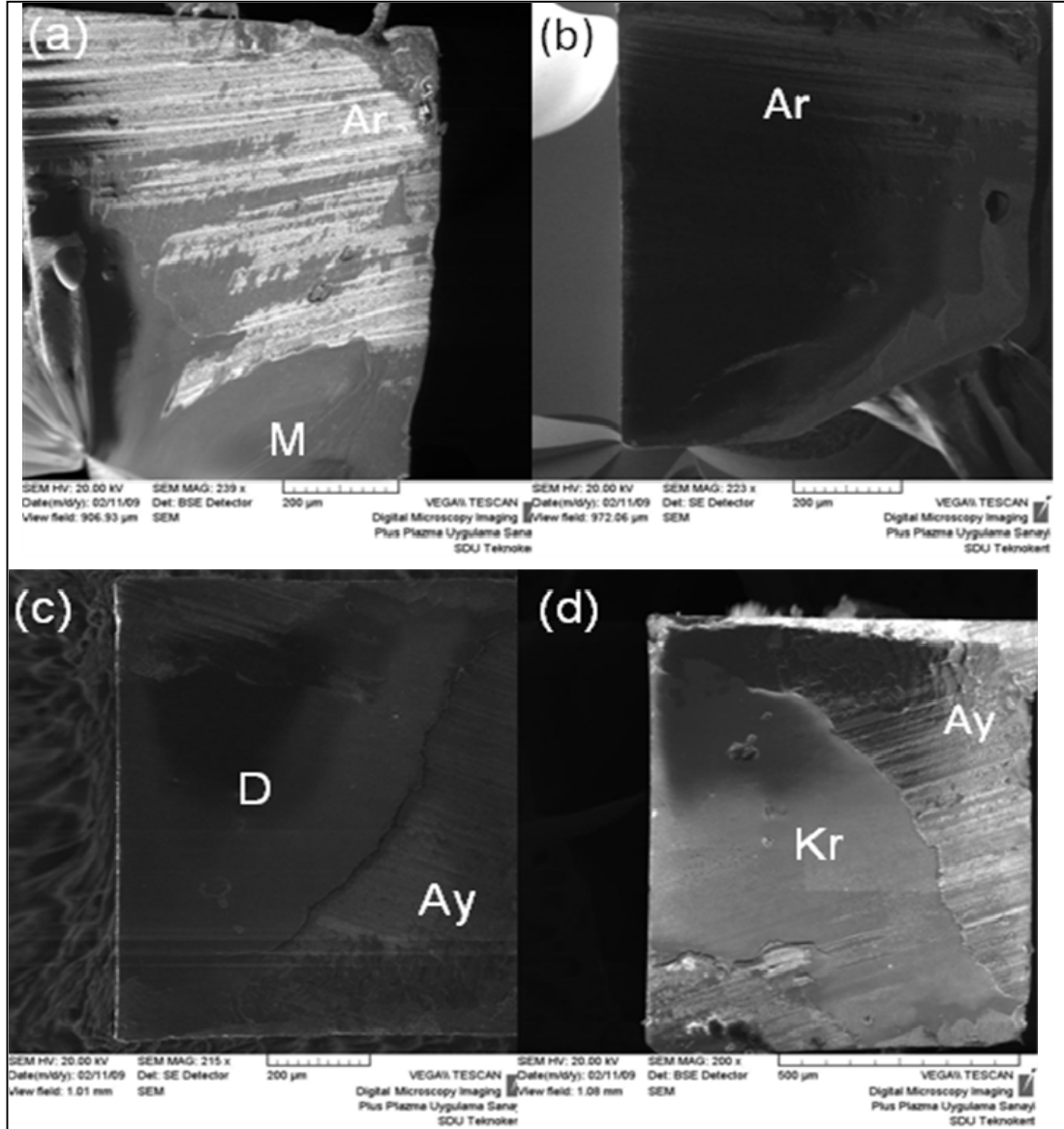
Şekil 13. Mineye ve dentine ait kopma tipleri

5.2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu ile Değerlendirme

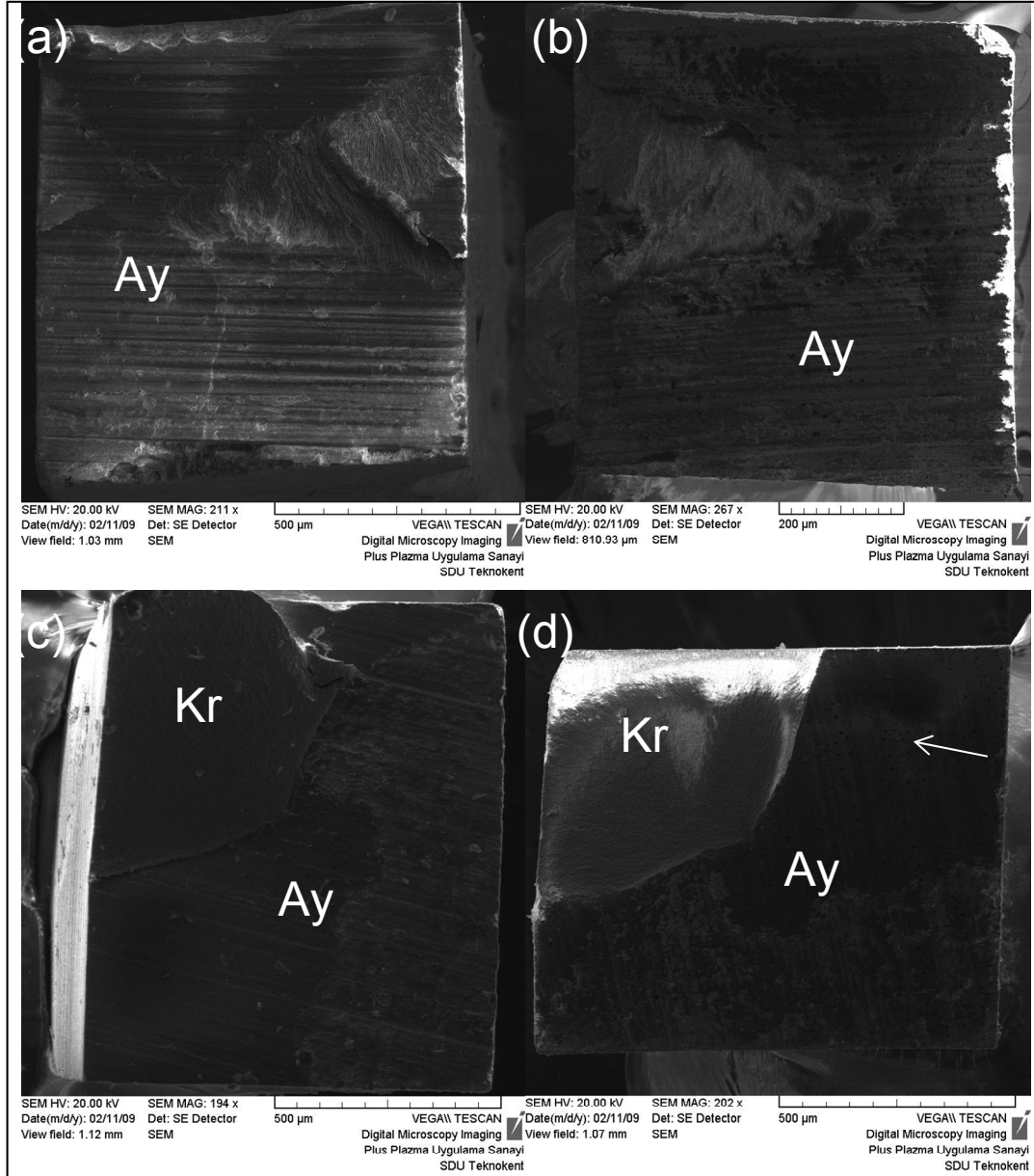
Tüm adezivlere ait kopma tiplerinin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Şekil 14-19'te gösterilmiştir.



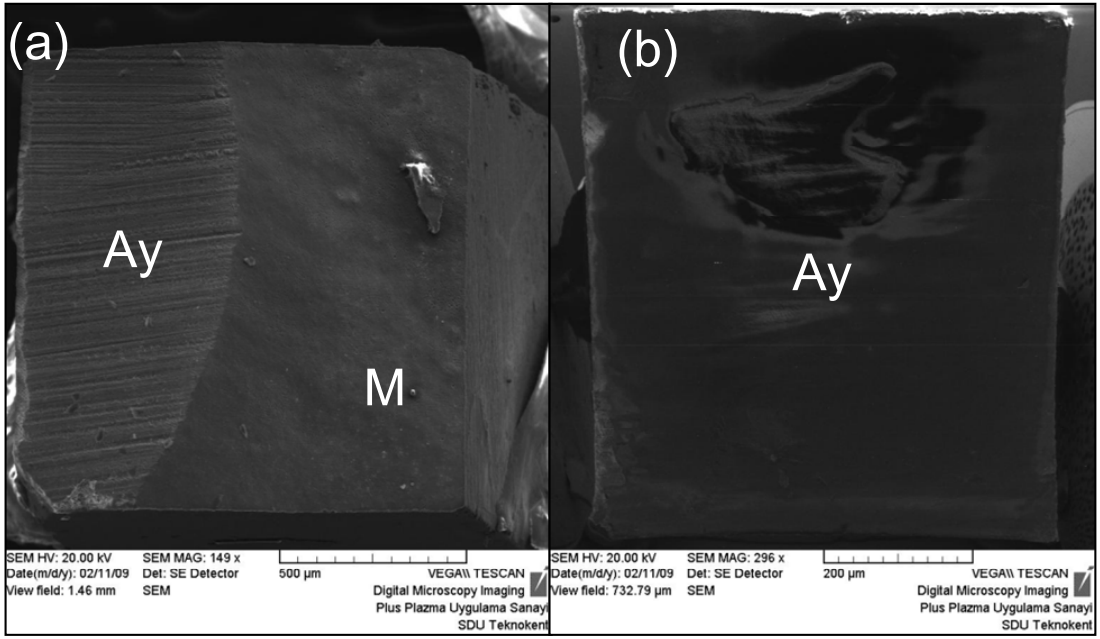
Şekil 14. Clearfil S³'e ait adeziv kopma tipleri. (a) Kırılan örneğin mine yüzeyinin görüntüsü. Sağ alt köşede adeziv izlenmektedir. (b) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. (c) Kırılan örneğin dentin yüzeyinin görüntüsü (d) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. Ar=Adeziv rezin, Ay=Ara yüzey, Kr=Kompozit rezin.



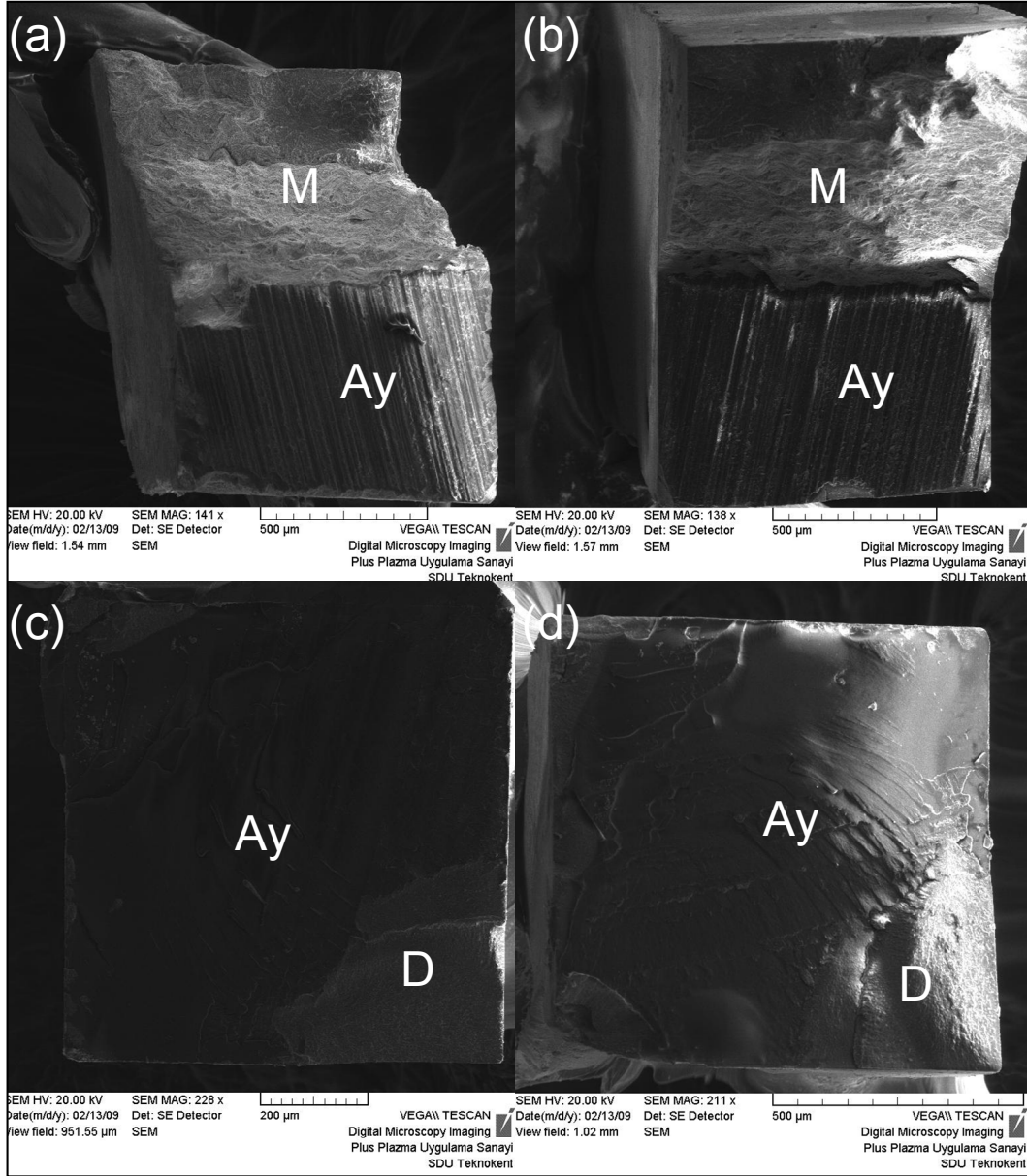
Şekil 15. Bond Force'a ait adezivde koheziv ve adeziv kopma tipleri. (a) Kırılan örneğin mine yüzeyinin görüntüsü. (b) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. (c) Kırılan örneğin dentin yüzeyinin görüntüsü. (d) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. Ar=Adeziv resin, Ay=Ara yüzey, M=mine, D=dentin, Kr=Kompozit resin.



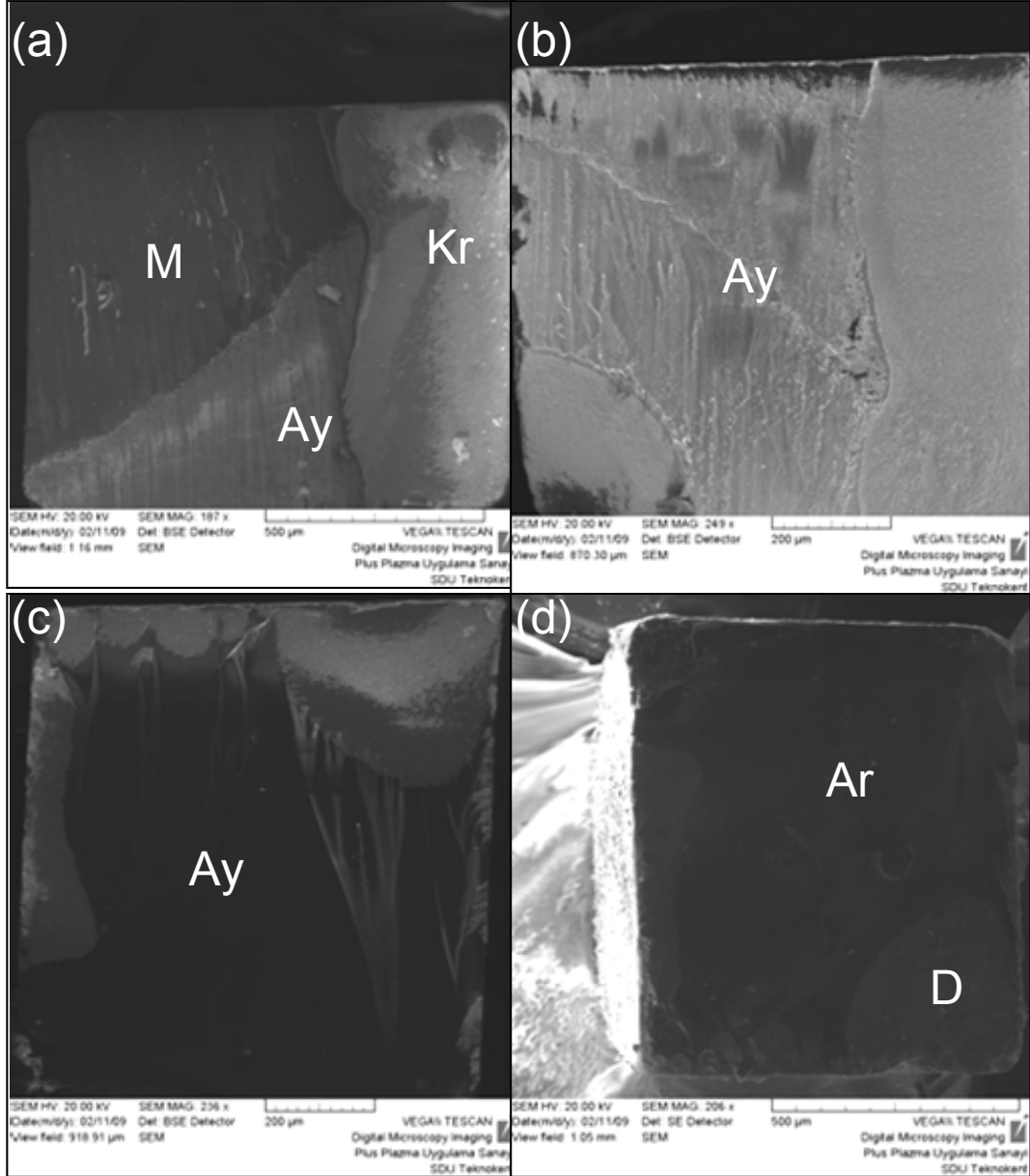
Şekil 16. G-Bond'a ait adeziv ve karışık kopma tipleri. (a) Kırılan örneğin mine yüzeyinin görüntüsü. (b) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. (c) Kırılan örneğin dentin yüzeyinin görüntüsü. (d) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. Faz ayrışması sonucu meydana gelen ve adezivin ışık ile sertleştirilmesinden sonra adeziv tabakada hapsolan su damlacıkları ok ile işaretlenmiştir. Ar=Adeziv rezin, Ay=Ara yüzey, Kr=Kompozit rezin.



Şekil 17. Xeno V'e ait adeziv kopma tipleri. (a) Kırılan örneğin mine yüzeyinin görüntüsü. (b) Kırılan örneğin dentin yüzeyinin görüntüsü. (d) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. Ay=Ara yüzey, M=mine.



Şekil 18. Clearfil SE'ye ait minede koheziv ve adeziv kopma tipleri. (a) Kırılan örneğin mine yüzeyinin görüntüsü. (b) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. (c) Kırılan örneğin dentin yüzeyinin görüntüsü. (d) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. Ay=Arayüzey, M=mine, D=dentin, Kr=Kompozit rezin.



Şekil 19. One-Step'e ait adeziv kopma tipleri. (a) Kırılan örneğin mine yüzeyinin görüntüsü. (b) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. (c) Kırılan örneğin dentin yüzeyinin görüntüsü. (d) Kırılan örneğin kompozit yüzeyinin görüntüsü. Ar=Adeziv rezin, Ay=Arayüzey, M=mine, D=dentin, Kr=Kompozit rezin.

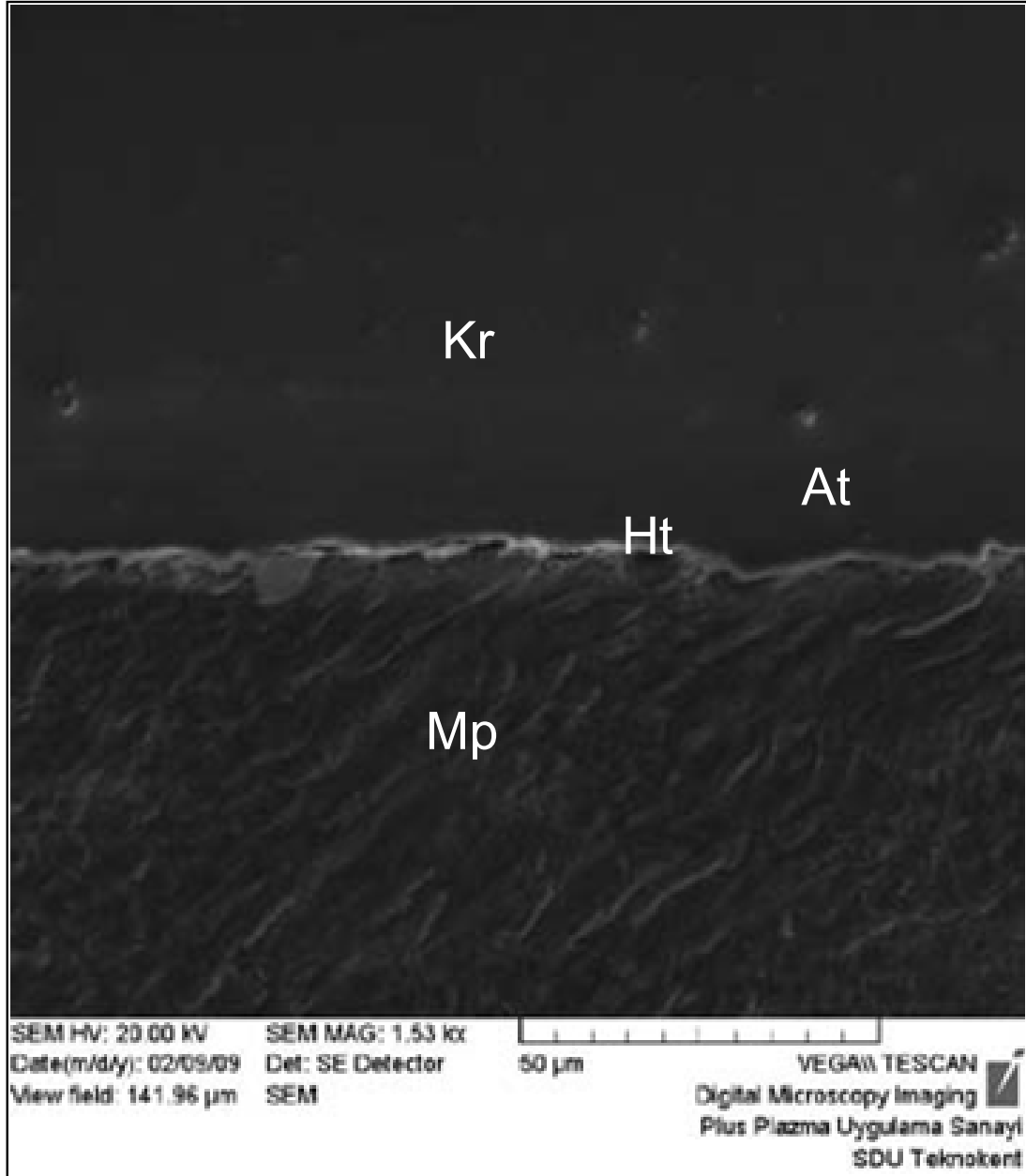
5.3 Ara Yüzey Morfolojisi

5.3.1. Rezin-Mine Arayüzü

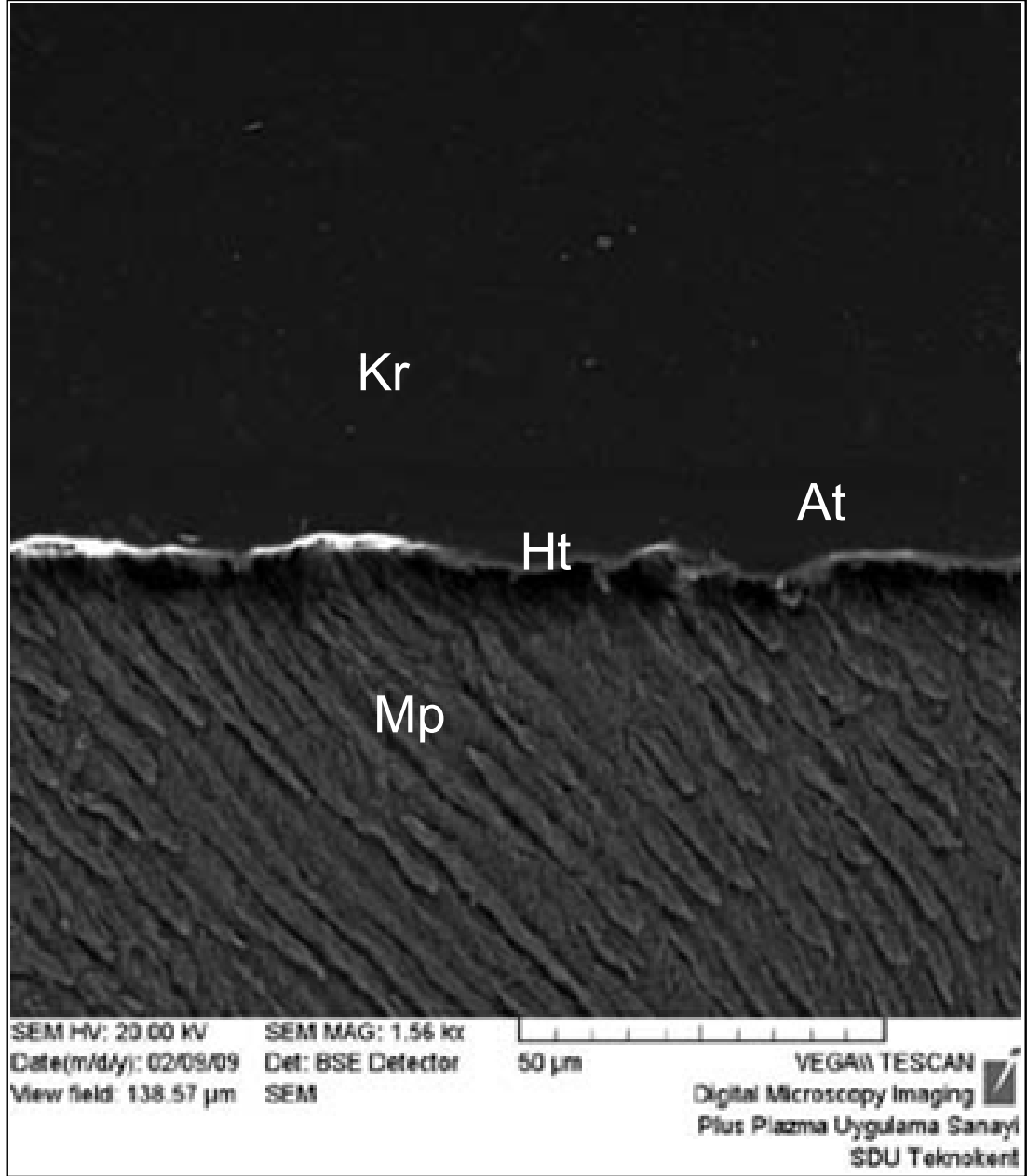
Tüm adezivlerin rezin-mine ara yüzeyine ait taramalı elektron mikroskobu bulguları Şekil 20-25'te gösterilmiştir.

Tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerin mine yüzeyinde çok hafif bir demineralizasyon oluşturduğu gözlenmiştir. Clearfil SE ise tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerden daha farklı bir asitleme modeli göstermesine rağmen, One-Step'in oluşturduğu demineralizasyon derinliğine ulaşamamıştır.

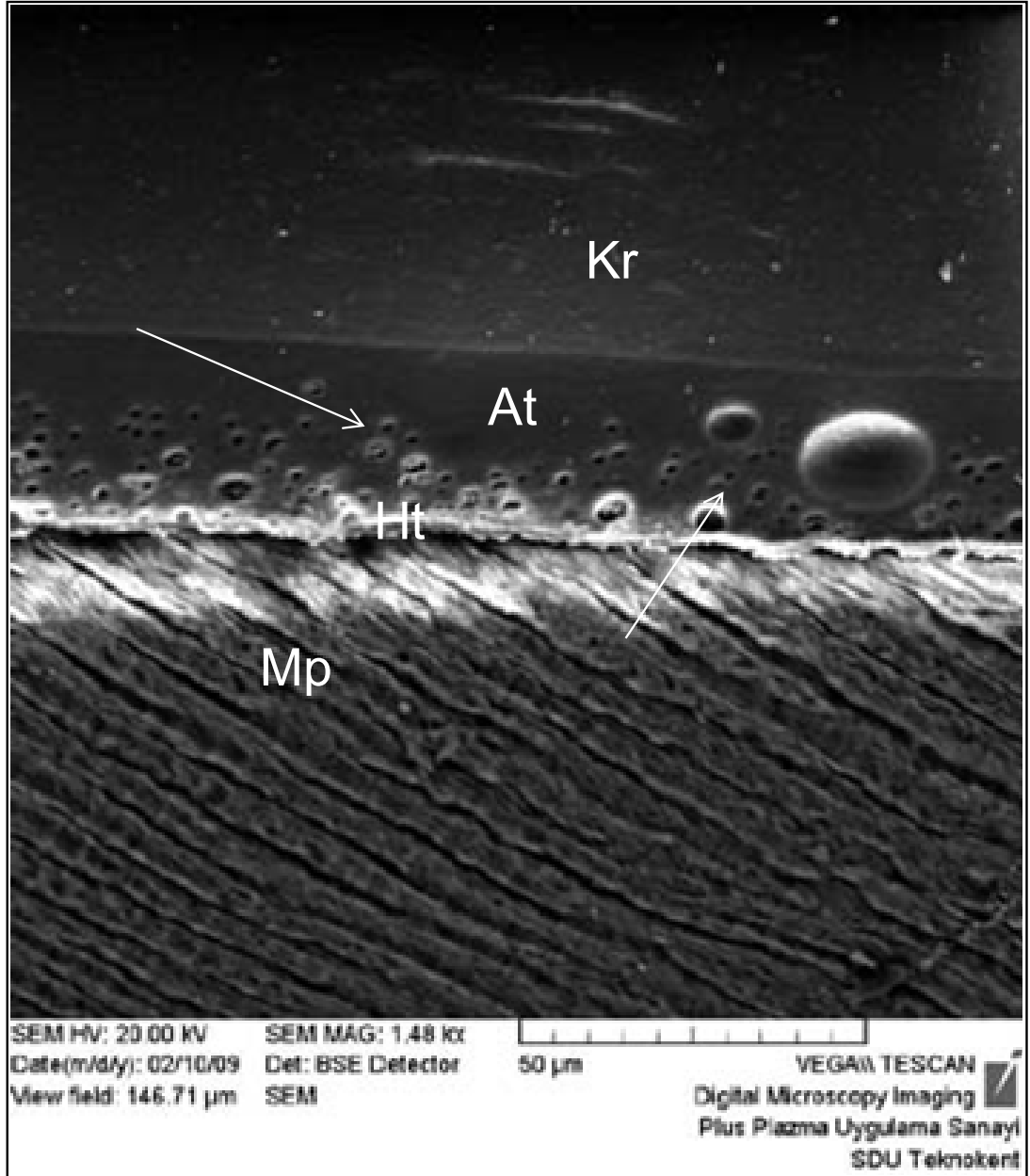
Hibrit tabakasının kalınlığı her bir adeziv için hazırlanan örneklerden biri üzerinde ve en fazla iki farklı bölge seçilerek belirlenmiştir.



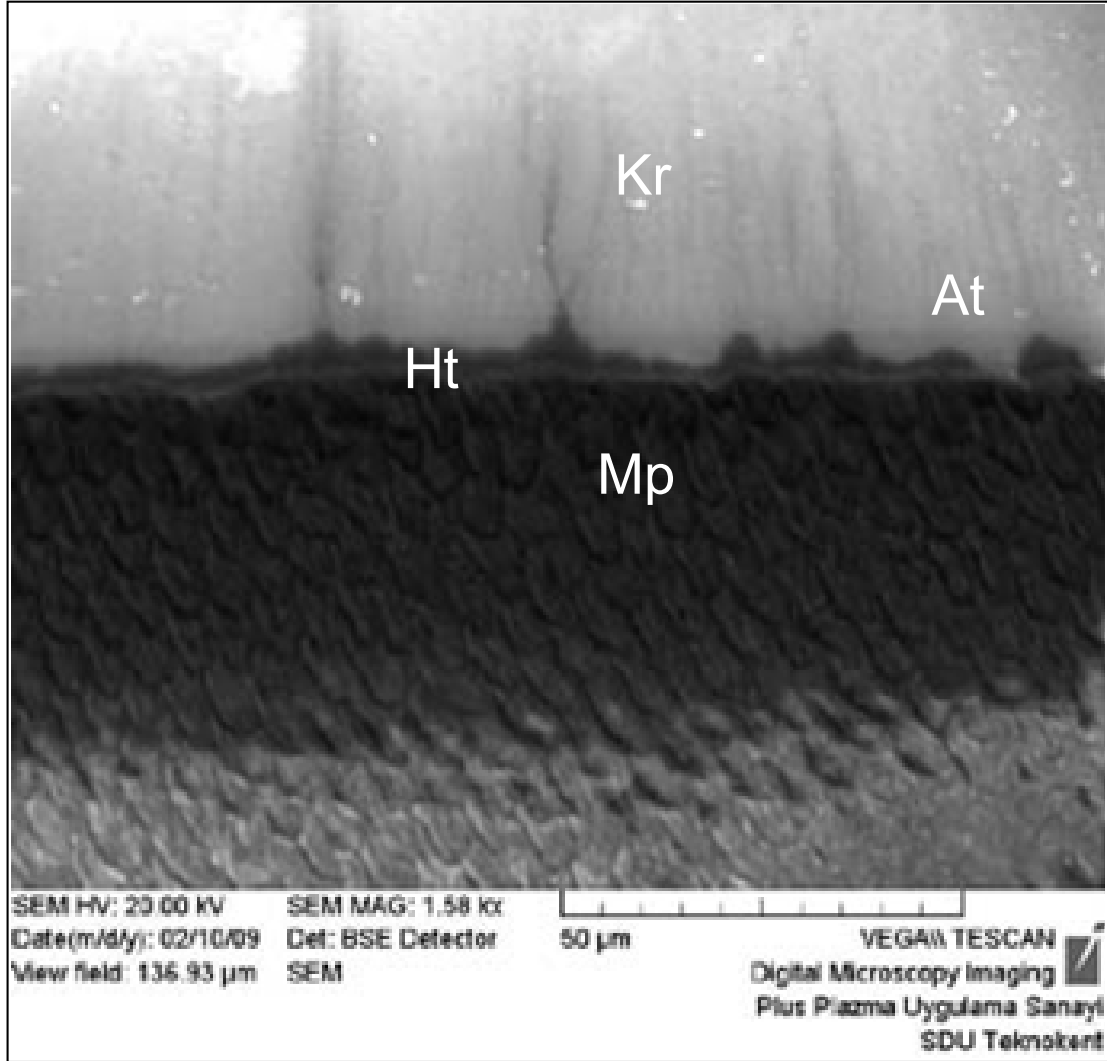
Şekil 20. Clearfil S³'e ait rezin-mine ara yüzeyi. Minedeki demineralizasyon etkisinin hafif olduğu gözlenmektedir. Kalınlığı 0.8-1.6 µm arasında değişen bir hibrit tabakası gözlenmektedir. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Mp=Mine prizması, Kr=Kompozit rezin.



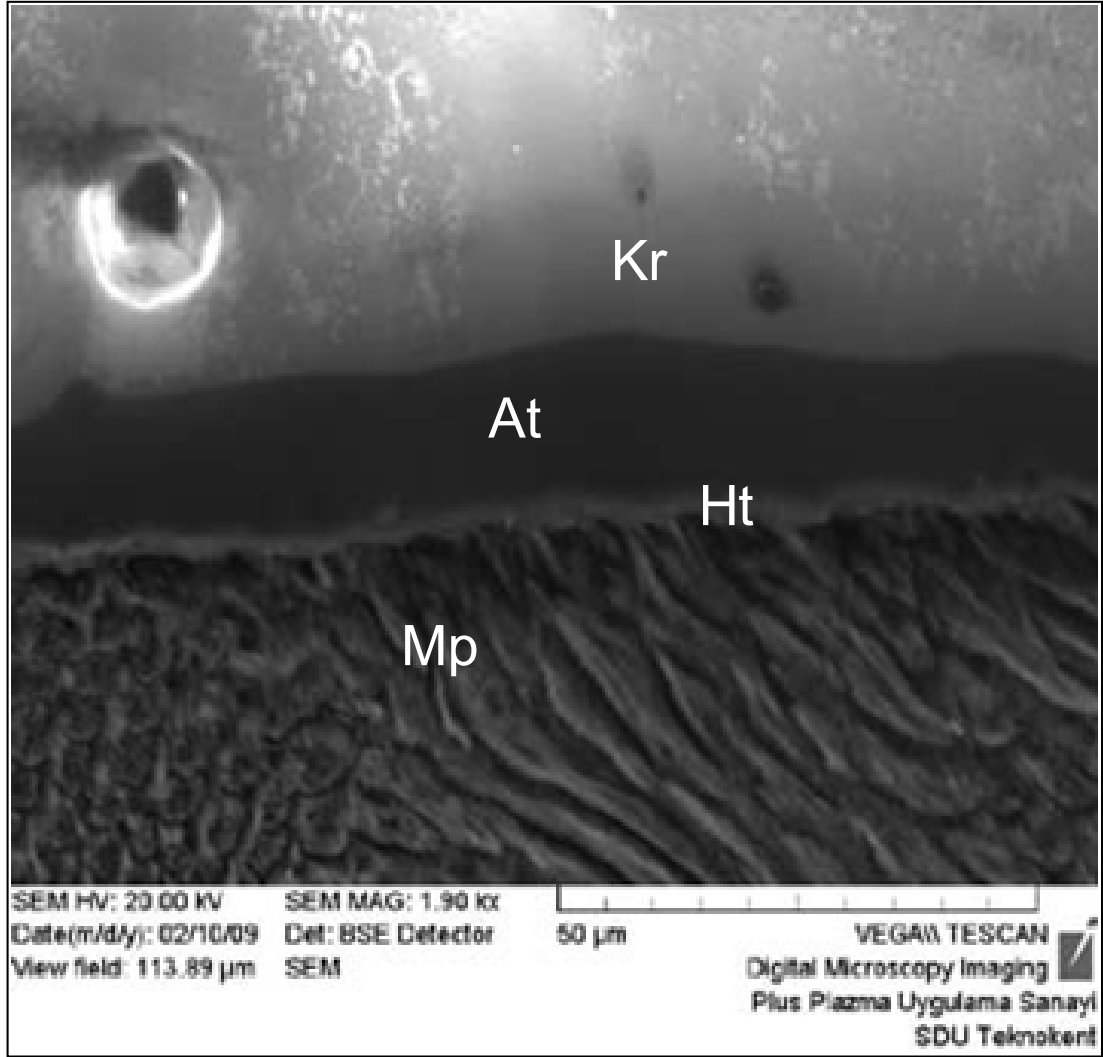
Şekil 21. Bond Force'a ait rezin-mine ara yüzeyi. Minede yüzeyel bir demineralizasyon gözlenmektedir. Hibrit tabakasının kalınlığı 0.8-2.89 µm arasında ölçülmüştür. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Mp=Mine prizması, Kr=Kompozit rezin.



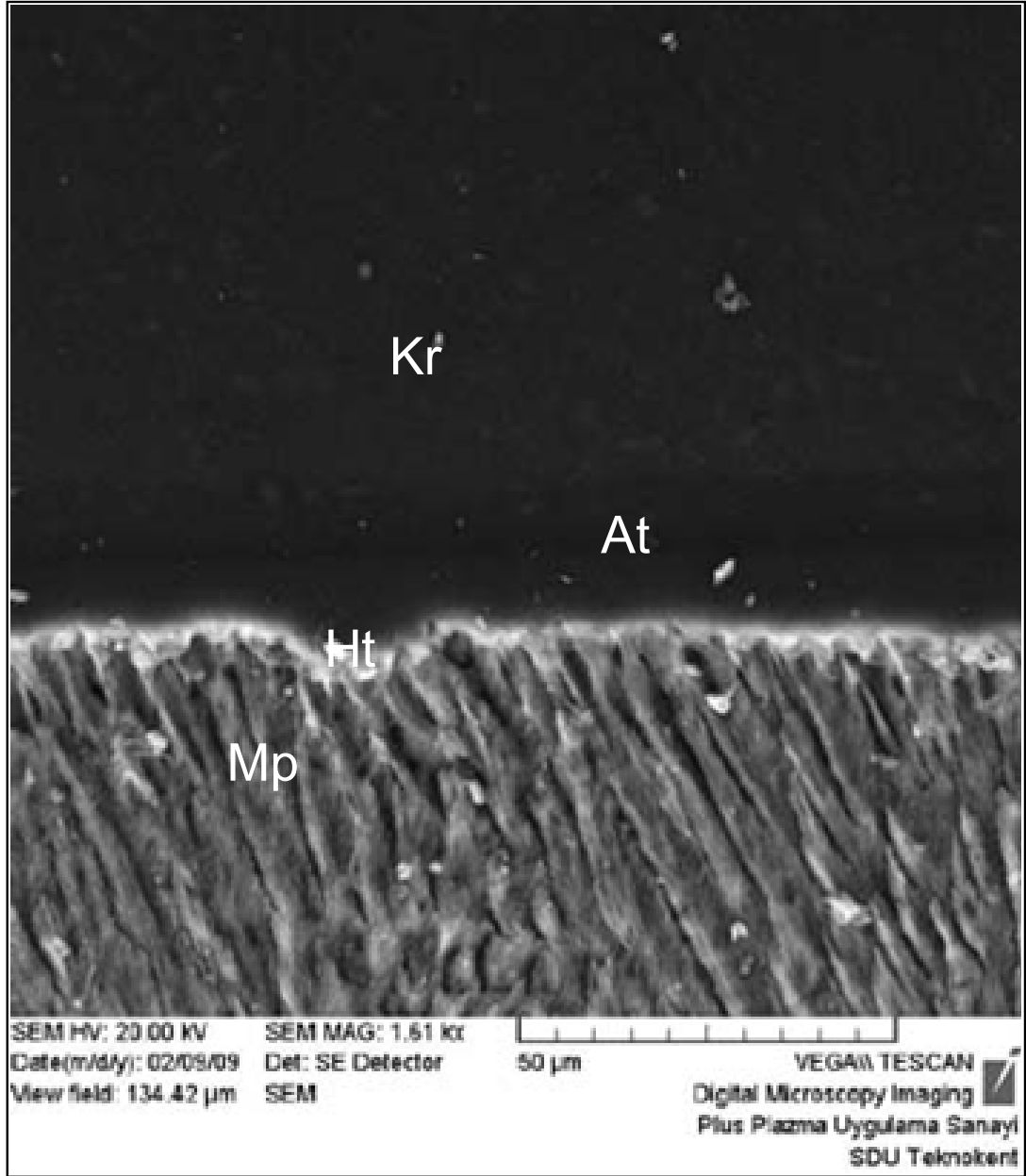
Şekil 22. G-Bond'a ait rezin-mine ara yüzeyi. Adeziv tabaka içerisinde hapsolmuş su damlacıkları ok ile işaretlenmiştir. Kalınlığı 0.8-2.2 µm arasında değişen bir hibrit tabakası gözlenmektedir. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Mp=Mine prizması, Kr=Kompozit rezin.



Şekil 23. Xeno V'e ait rezin-mine ara yüzeyi. Minede yüzeysel bir demineralizasyon gözlenmektedir. Kalınlığı 0.8-2.08 µm arasında değişen bir hibrit tabakası gözlenmektedir. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Mp=Mine prizması, Kr=Kompozit rezin.



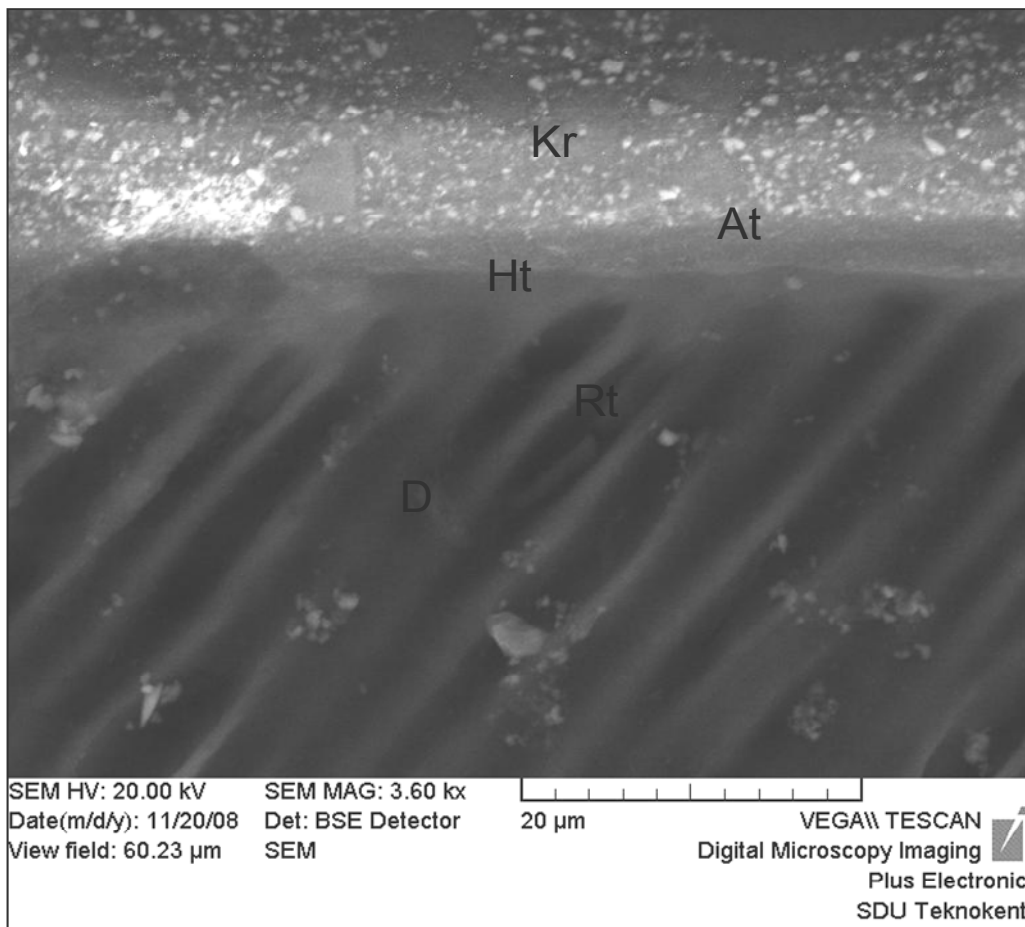
Şekil 24. Clearfil SE'ye ait rezin-mine ara yüzeyi. Minede tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlere göre farklı basitleme modeli izlenmektedir. Hibrit tabakasının kalınlığı 0.8-2.4 µm arasında değişmektedir. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Mp=mine prizması, Kr=kompozit rezin.



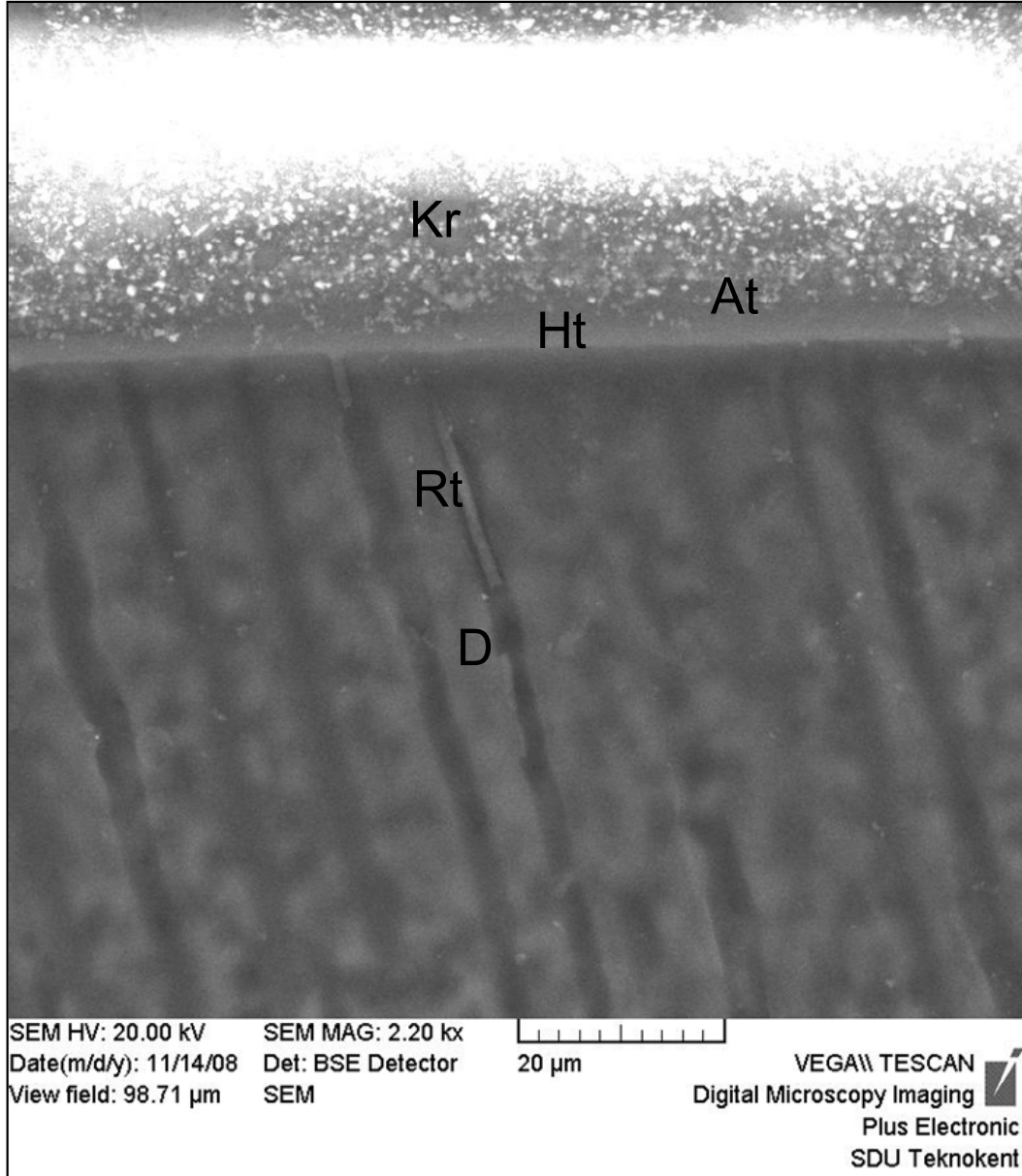
Şekil 25. One-Step'e ait resin-mine ara yüzeyi. Periferleri çözünmüş mine prizmalarının çeperleri izlenmektedir. Kalınlığı 1.8-4.35 µm arasında değişen bir hibrit tabakası gözlenmektedir. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Mp=Mine prizması, Kr=Kompozit rezin.

5.3.2. Rezin-Dentin Arayüzü

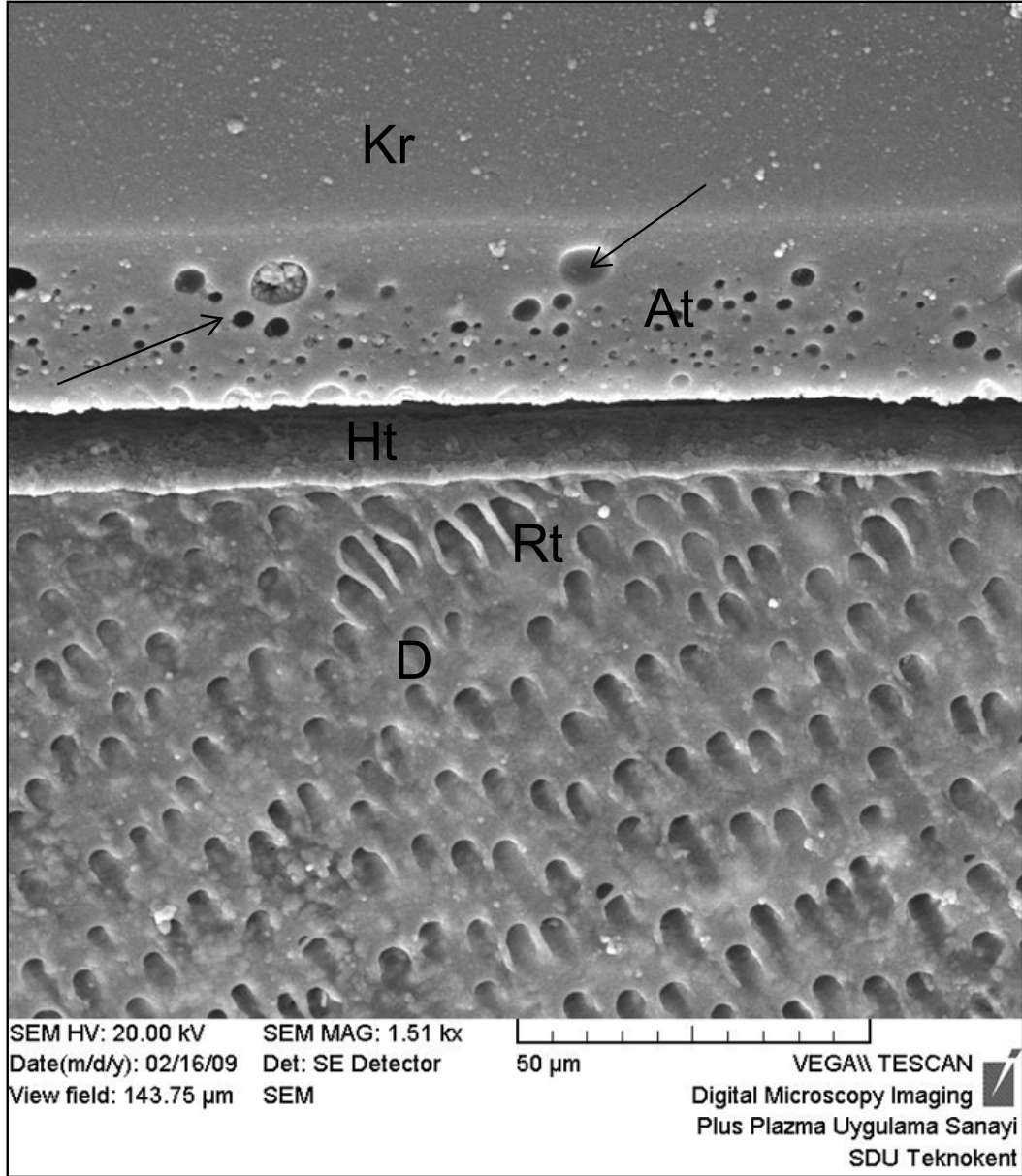
Tüm adezivlerin rezin-dentin ara yüzeyine ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Şekil 26-31'de gösterilmiştir. Tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler farklı kalınlıklarda düzensiz hibrit tabakaları oluşturmuştur. Clearfil SE ve One-Step'te ise düzgün bir hibrit tabakası izlenmektedir. Hibrit tabakasının kalınlığı her bir adeziv için hazırlanan örneklerden biri üzerinde ve en fazla iki farklı bölge seçilerek belirlenmiştir.



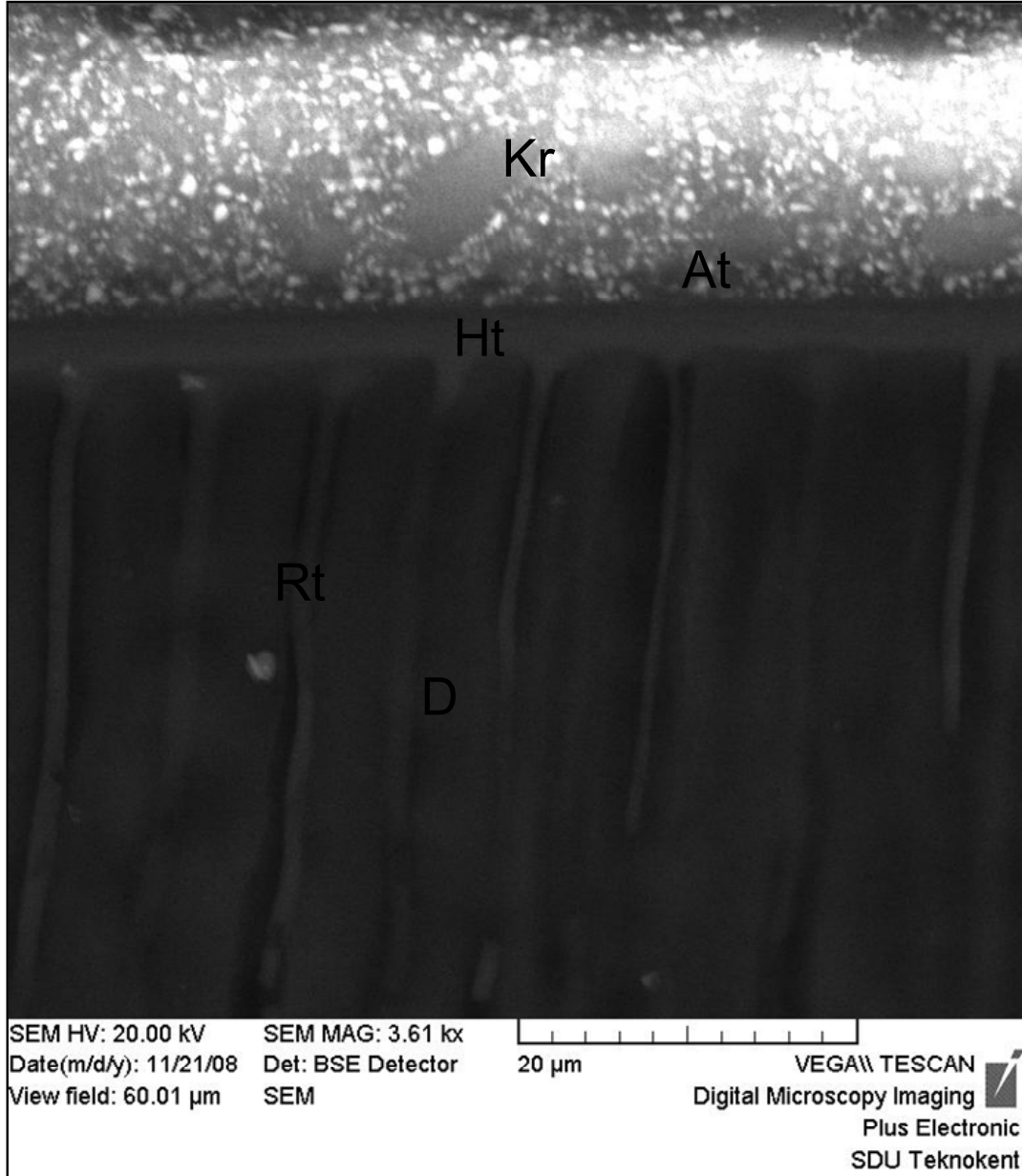
Şekil 26. Clearfil S³'e ait rezin-dentin ara yüzeyi. Kalınlığı 1.08-4.09 µm arasında değişen bir hibrit tabakası gözlenmektedir. Az sayıda rezin tag belirlenmiştir. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Rt=Rezin tag, D=Dentin, Kr=Kompozit rezin.



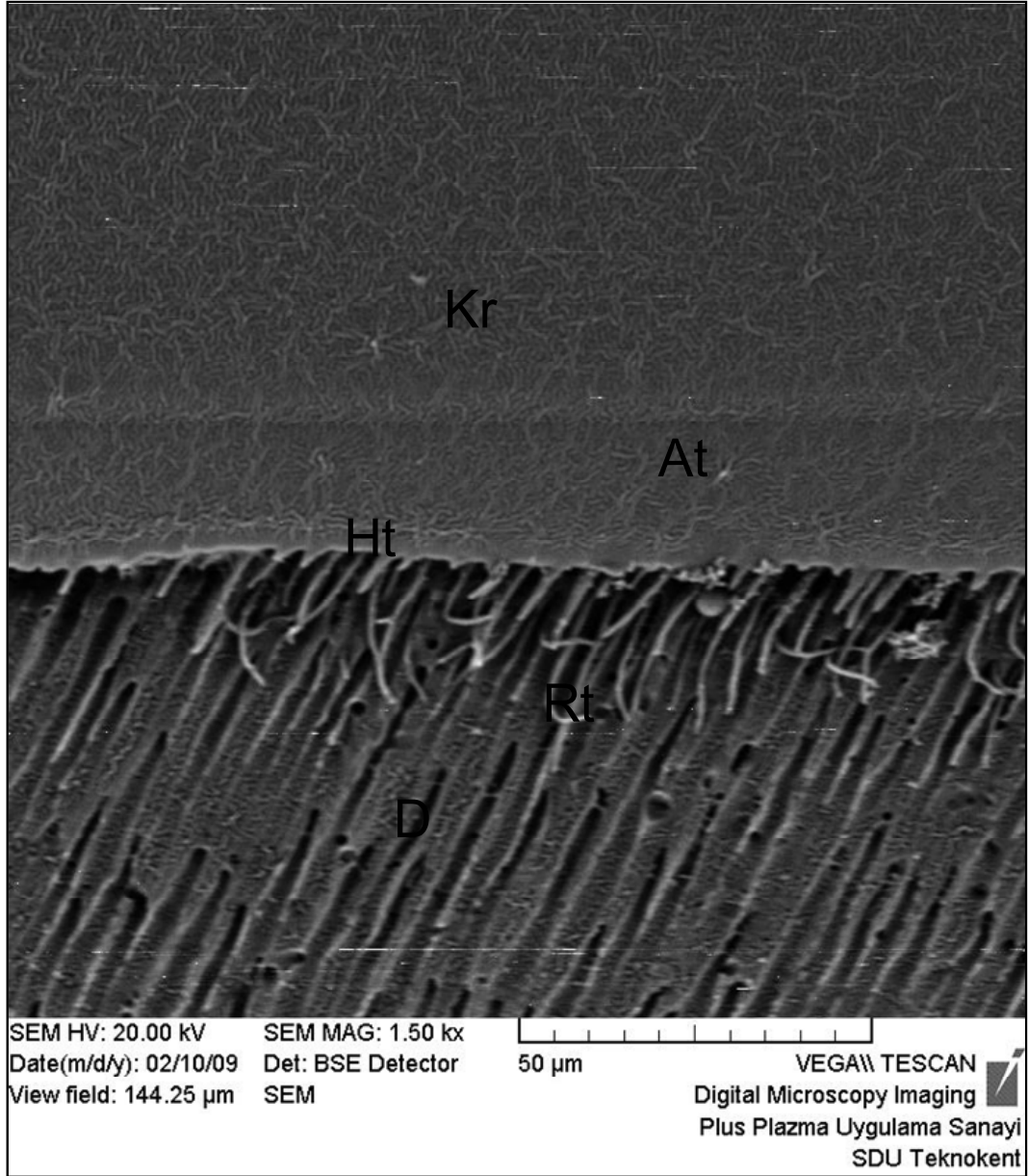
Şekil 27. Bond Force'a ait rezin- dentin ara yüzeyi. Hibrit tabakasının kalınlığı 2.0-2.8 μm arasında ölçülmüştür. Rezin tag sayısı azdır. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Rt=Rezin tag, D=Dentin, Kr=Kompozit rezin.



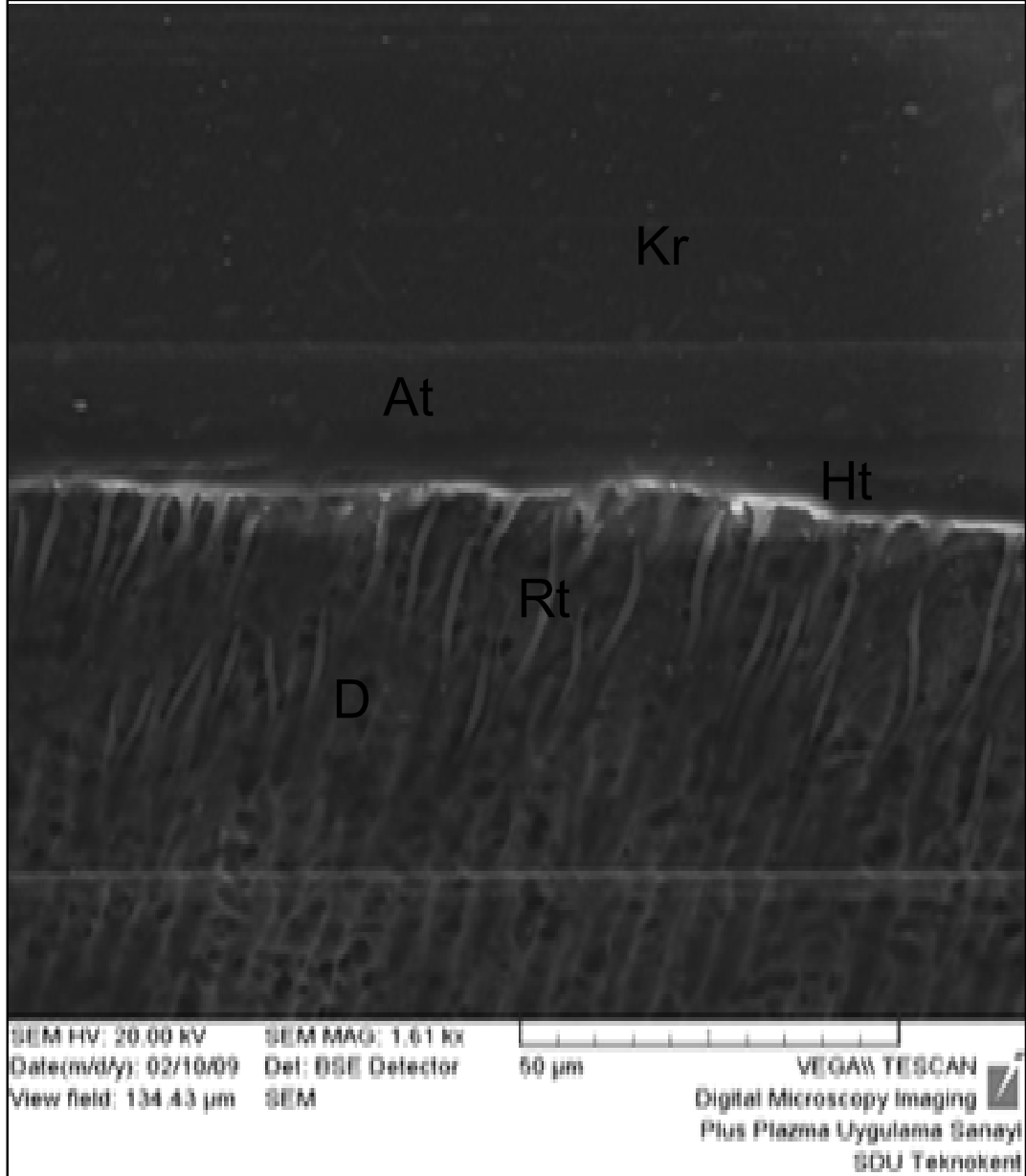
Şekil 28. G-Bond'a ait rezin-dentin ara yüzeyi. Adeziv tabaka içerisinde hapsolmuş su damlacıkları ok ile işaretlenmiştir. Resin tagların sayısı azdır. Kalınlığı 4.9 µm olan bir hibrit tabakası gözlenmektedir. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Rt=Resin tag, D=Dentin, Kr=Kompozit rezin.



Şekil 29. Xeno V'e ait rezin-dentin ara yüzeyi. Test edilen tek bileşenli bir basamaklı adezivler arasında en uzun rezin taglar bu adezivle gözlenmiştir. Kalınlığı 0.6-3.05 μm arasında değişen bir hibrit tabakası gözlenmektedir. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Rt=Rezin tag, D=Dentin, Kr=Kompozit rezin.



Şekil 30. Clearfil SE'ye ait rezin-dentin ara yüzeyi. Hibrit tabakasının kalınlığı 1.08-4.09 µm arasında değişmektedir. Çok sayıda rezin tag izlenmektedir. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabakası, Rt=Rezin tag, D=Dentin, Kr=Kompozit rezin.



Şekil 31. One-Step'e ait resin-dentin ara yüzeyi. Çok sayıda resin tag mevcuttur. Kalınlığı 1.6-5.43 µm arasında değişen bir hibrit tabakası gözlenmektedir. At=Adeziv tabaka, Ht=Hibrit tabaka, Rt=Resin tag, D=Dentin, Kr=Kompozit rezin.

6. TARTIŞMA VE SONUÇ

Yeni geliştirilen adezivlerin, piyasaya sürülmeden önce, bağlanma etkinliklerinin değerlendirilmesi önemlidir. Bu değerlendirme, laboratuvar ve klinik çalışmalar ile iki farklı şekilde yapılmaktadır. Uzun dönemli klinik çalışmalar, adezivlerin başarısını değerlendirmede altın standart olarak kabul edilmesine rağmen, laboratuvar çalışmalarıyla karşılaştırıldığında, daha fazla zaman ve iş gücü gerektirmektedir. Laboratuvar çalışmaları ise, adeziv sistemlerin mine ve dentindeki bağlanma etkinlikleri hakkında kısa sürede sonuç veren ve klinik çalışmalara ışık tutan testlerden meydana gelmektedir. Bu nedenle, laboratuvar testleri, adeziv sistemlerin klinik davranışlarını değerlendirmede oldukça önemlidir.

Bu laboratuvar çalışmasında, tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerin bağlanma etkinliği ve mekanizması; mine ve dentindeki mikrogerilme bağlanma dayanımlarının ve rezin-mine ve rezin-dentin arayüzlerinin, iki basamaklı etch&rinse ve self-etch kontrol adezivleri ile karşılaştırılmalı olarak incelenmesi ile yapıldı.

6.1. Test Metodolojisi

6.1.1. Bağlanma Dayanımı

Bir adeziv sistemin *in vitro* koşullardaki etkinliği ve mine ve dentindeki bağlanma dayanımı, genellikle gerilme veya makaslama testi ile ölçülerek değerlendirilmektedir (42,68-70). Dişhekimliği araştırmalarında yaygın olarak kullanılan bu testlerden gerilme bağlanma dayanımı testi, makrogerilme ve mikrogerilme bağlanma dayanımı testi olarak ikiye ayrılmaktadır (68). Makrogerilme bağlanma dayanımı testinde, büyük kütleler halindeki kompozit blokların diş yapılarına adezyonu test edilirken, mikrogerilme bağlanma dayanımı testinde, kompozit ile mine veya dentin arasındaki bağlanma yüzeyinin çok daha küçük olduğu örnekler test edilmektedir.

Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi, az sayıda diş kullanılarak çok sayıda örnek elde edilmesine olanak veren bir yöntemdir (57). Bu test ile ayrıca, bölgesel bağlanma dayanımları ölçülerek tek bir dişin farklı bölgelerine ait ortalama mikrogelime bağlanma dayanımları ve farklılıkları hesaplanabilmektedir (56). Bu çalışmada da adeziv sistemlerin mine ve dentine olan bağlanma dayanımlarını değerlendirmek üzere mikrogerilme bağlanma dayanımı testi tercih edilmiştir. Bir dişten elde edilen örnek sayısı ortalama 10'dur.

6.1.2. Test Öncesi Başarısızlık

Birçok avantajına rağmen mikrogerilme bağlanma dayanımı testinin birkaç dezavantajı olduğu da bildirilmiştir. Bu test yöntemindeki örnek hazırlama tekniği, yoğun çalışma ve teknik donanım gerektirmesi nedeniyle hassas bir yöntemdir (13,56). Ayrıca örneklerin preparasyonu sırasında mikrokırıklar oluşabilmektedir (13). Bu mikrokırıkların adezyonu zayıflatarak gerçek bağlanma dayanımının düşük olmasına yol açtığı ve test öncesi başarısızlıklara neden olabileceği belirtilmiştir (13,56).

Genellikle bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerde örneklerin kesim sırasındaki kuvvetlere direnç gösterememesi nedeniyle bu tür başarısızlıkların meydana geldiği bildirilmiştir (16). Çalışmamızda da test öncesi başarısızlık, uzunluğu 8-9 mm ve bağlanma alanı yaklaşık 1 mm² olan örnekler elde etmek üzere düşük hızda dönen elmas kesme diski ile yapılan preparasyon sırasında meydana geldi. Her adezive ait test öncesi başarısız olan örnek sayıları Çizelge 3 ve Çizelge 4'te gösterilmektedir. Buna göre minede One-Step, dentinde ise One-Step ve Clearfil SE Bond dışındaki tüm adezivlerde test öncesi başarısız olan örnek bulunmaktadır. Literatürdeki bazı çalışmalarda test öncesi başarısız olan örneklerin sayısı belirtilmekle beraber değerlendirmeye alınıp alınmadıkları ifade edilmemektedir. Çalışmamızda, bu tür örneklerle ait

mikrogerilme bağlanma dayanımı değeri 0 MPa olarak alınarak değerlendirmeye dahil edildi.

6.1.3. Örneklerin Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Testine Hazırlanması

6.1.3.1. Diş Yüzeyi Peraparasyonu

Mine ve dentin yüzeyleri, kavite preparasyonu sırasında düşük ve yüksek hızda çalışan frezler veya mine keskişi gibi kesici el aletlerinin kullanılmasıyla meydana gelen smear tabakası ile örtülüdür. Smear tabakası kan, tükürük ve bakteriler gibi organik ve hidroksiapatit kristalleri gibi inorganik debristen meydana gelen amorföz ve ince bir tabakadır (15,16,71). Klinik koşullarda oluşturulan smear tabakasının kalınlığı 2-5 µm arasında değişmektedir (71).

Smear tabakasının oluşturulma şeklinin, bu tabakanın kalınlığını ve niteliğini değiştirerek adezivlerin bağlanma dayanımı sonuçlarını etkilediği belirtilmiştir (17,24,62). Klinikte elmas ve tungsten karbid frezler ile preparasyon yapılmaktadır. Self-etch adeziv sistemlerin dentindeki bağlanmasının incelendiği laboratuvar çalışmalarında, smear tabakasının genellikle 600 grenli silikon karbid zımpara ile oluşturulduğu gözlenmektedir (24,62,63). Bununla beraber klinik koşullarda oluşturulan smear tabakasının daha kalın olduğu ve 600 grenli silikon karbid zımparayla ise daha ince bir smear tabakası oluşturulduğu bildirilmiştir (24,57,62,63,72). Ancak 180 grenli bir silikon karbid zımpara kullanılarak klinik koşullarda oluşturulan smear tabakasının kalınlığına yaklaşılabileceği belirtilmektedir (24,62,63,57).

Elmas ve tungsten karbid frezlerin ve silikon karbid zımparaların oluşturduğu smear tabakalarının, self-etch adezivlerin dentine bağlanmasına etkisinin araştırıldığı bir çalışmada, karbid frezlerin oluşturduğu smear tabakasının kalınlığının 320-600 grenli silikon karbid zımparanınki ile benzer olduğu belirtilmiştir (72). Ancak bu smear tabakasına bir self-etch adeziv

uygulandığında, bağlanma dayanımı sonuçlarının 240-320 grenli silikon karbid zımpara kullanılan grubun sonuçlarına yakın olduğu ifade edilmiştir (72) Bununla beraber, kalın grenli elmas frezlerin bu zımparalara ve karbid frezlere göre daha kalın bir smear tabakası oluşturduğu bildirilmiştir (72). Smear tabakasının 180 ve 600 grenli silikon karbid zımpara ile oluşturduğu bir çalışmada gerilme bağlanma dayanımını sonuçları karşılaştırılmış ve 600 grenli silikon karbid zımpara kullanılan grupta 180 grenli gruba göre istatistiksel olarak daha yüksek bağlanma dayanımları bulunmuştur (62). Bu bulguların istatistiksel olarak anlamlı olduğu belirtilmiştir.

Bizim çalışmamızda klinik koşullarda oluşturulan smear tabakasını taklit edebilmek için hem mine hem de dentin yüzeyinde 180 grenli silikon karbid zımpara kullanılarak smear tabakası oluşturulmuştur.

6.1.3.2. Örneklerin Boyutu ve Bağlanma Yüzey Alanı

Mikrogerilme bağlanma dayanımı yöntemi, 1994 yılında Sano ve ark. tarafından geliştirilmiş ve bağlanma yüzey alanı 1mm^2 olan örneklerin kullanılması önerilmiştir (13,54,56,69,70). Araştırmacılar, örneklerin bağlanma alanının küçüldükçe bağlanma dayanımının arttığını bildirmişlerdir ve bunu materyal içindeki defektlerin dağılımına bağlanmışlardır. Buna göre, bir materyale uygulanan gerilme kuvvetleri sırasında, küçük örneklerde oluşacak olan defektler büyük örneklerle göre daha azdır ve bu da o materyalin gerilme dayanımını arttırır (73).

Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi uygulanacak olan örnekleri hazırlamak için mine veya dentin yüzeyinde oluşturulan kompozit bloktan, düşük hızda dönen elmas kesme diski ile, adeziv arayüzüne dik olacak şekilde preparasyon yapılmakta ve ortalama 1.0×1.0 mm kalınlığında çubuklar elde edilmektedir (56,57,68). Bu çubuklar mikrogerilme bağlanma dayanımı testi için iki farklı şekilde hazırlanabilmektedir (59). Çubuk şeklindeki örnekler, büyük boyutta hazırlanmakta ve daha sonra bağlanma alanını küçültmek için

kompozit ile diř dokusunun baęlanma yzeyine yksek devirde dnen frezler ile kum saati Őekli verilmektedir. Dięer yntem ise, ubuk Őeklindeki rneklerin, baęlanma yzey alanı kck olacak Őekilde prepare edilmesi ve kesit alanı yaklařık kare olan rneklerin hazırlanması Őeklinindedir. Kum saati Őekli verilen ve kare kesitli olarak hazırlanan rneklere mikrogerilme baęlanma dayanımı testinin uygulandıęı bir alıřmada, kare kesitli rneklere mikrogerilme baęlanma dayanımı deęeri daha yksek bulunurken, kum saati Őekli verilen rneklere varyasyon katsayısı daha dřk bulunmuřtur (59). Bu alıřmada, 8-9 mm uzunluęunda kare kesitli rneklerin baęlanma yzey alanı, minede $1.07\pm 0.27-1.20\pm 0.29 \text{ mm}^2$ arasında, dentinde ise $0.95\pm 0.05-1.07\pm 0.12 \text{ mm}^2$ olarak hazırlanmıřtır.

6.1.4. Mikrogerilme Baęlanma Dayanımı Test Aracı

Kompozit ve mine veya dentinden oluřan ubuk Őeklindeki rnekler, mikrogerilme baęlanma dayanımını test eden universal test cihazına paslanmaz elikten yapılan bir test aracının zerinde yerleřtirilmektedir. Bu test araları, rneęin yapıřtırılacaęı blm kuvvetin uygulanacaęı yne paralel bir oluk ierecek Őekilde entikli olabilmektedir veya rneęin yapıřtırılacaęı blm dz bir alan Őeklinde imal edilebilmektedir (59). entikli test aralarının orta blmnde bulunan oluklar vertikal olarak gerilme kuvvetinin uygulandıęı ynde ve kare kesitli test ubuklarının geometrisine uygun olarak oluřturulmuřtur. Bu nedenle dz test aralarıyla karřılařtırıldıęında entikli bir test aracı ile test rneęinin kuvvetin geldięi yne paralel olarak yerleřtirilebilmesi ok daha kolaydır (74). alıřmamızda kare kesitli rnekler, entikli mikrogerilme test araları ile birlikte kullanılmıřtır.

Mikrogerilme baęlanma dayanımı testinin sonularını etkileyen faktrleri deęerlendirmek zere yapılan bir alıřmada, rneęin test aracına yapıřtırılma Őeklinin de sonuları etkiledięi saptanmıřtır (59). Mikrogerilme baęlanma dayanımı testi iin rneklerin test aracına sabitlenmesinde kullanılan

siyanoakrilat yapıştırıcı, bir jel ve bir sertleştiriciden meydana gelmektedir. Yapıştırma işlemi sırasında bu iki bileşenin kullanım sırası ile ilgili standart bir bilgi bulunmamaktadır (59). Bu çalışmada, siyanoakrilat yapıştırıcının, önce jel bazı uygulanmış, sertleştiricinin uygulanması ise örneklerin kompozit ve mine veya dentin uçlarının bu jel ile temas etmesinden sonra yapılmıştır. Bu prosedürün, tüm örneklerin yapıştırılması sırasında standart bir şekilde uygulanmasına özen gösterilmiştir.

6.1.5. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımının Kısa Dönem Sonuçları

Adeziv sistemlerin mine ve dentine bağlanma etkinlikleri incelenirken, bağlanma dayanımının uzun dönem ve erken dönem sonuçları değerlendirilmektedir. Uzun dönem çalışmalarında örnekler, 3 ya da 6 ay, 37°C'deki distile suda bekletilerek mikrogerilme bağlanma dayanımı testine tabi tutulmaktadır. Birçok çalışmada ise bağlanma dayanımı, örneklerin hazırlanmasından 24 saat sonra belirlenmektedir (57,75). Ayrıca kısa dönem sonuçları, adezivlerin ömürlerinin araştırıldığı uzun dönem çalışmalarına ışık tutması açısından da önemlidir.

Adeziv restorasyonların, yapım aşamaları sırasında ya da hemen sonrasında birtakım streslere maruz kaldığı belirtilmiştir (57,75). Bu streslerin rezin kompozitlerin polimerizasyon büzülmesinden, oklüzyonun ve restorasyon kenarlarının uyumlandırılması için yapılan bitirme ve polisaj işlemlerinden kaynaklanabileceği bildirilmiştir (57,75). Bu nedenle restorasyondan hemen sonra elde edilen bağlanma dayanımları, adeziv restorasyonun erken streslere karşı koyabilme direncini göstermekte ve bu sonuç restorasyonun ömrü hakkında fikir vermektedir (57,75). Bu nedenle erken dönemde bağlanma dayanımının test edilmesi önemlidir. Bu çalışmada, mikrogerilme bağlanma dayanımı değerleri, kompozit rezin blokların yapılmasından 24 saat sonra belirlenmiştir.

6.1.6. Ara Yüzey Morfolojisi

Test edilen adeziv sistemlerin rezin-mine ve rezin-dentin ara yüzeylerine ait örnekler taramalı elektron mikroskopunda incelenmiştir. Genellikle yalıtkan olan örneklerin taramalı elektron mikroskopunda incelenmesi, altın ile kaplanmasından sonra yapılmaktadır. Bu şekilde istenilen büyütmede ve derinlikte görüntüler elde edilebilmektedir.

Bu çalışmada, adezivlerin rezin-mine ve rezin-dentin arayüzleri, yalıtkan örneklerin kaplanmasına gerek duymayan, yüksek ve düşük vakumda çalışabilen ve kuru nitrojen kullanan bir taramalı elektron mikroskopunda incelenmiştir. Buna göre çalışmada test edilen ilk örnekler vakumlu bir desikatörde kurutulmadan ve altın ile kaplanmadan incelenmiştir (Şekil 26, 27 ve 29). Ancak örneklerin incelenmesi sırasında, diş yapısının yalıtkan olmasından kaynaklanan bir takım problemlerle karşılaşmış ve bunları giderme yoluna gidilmiştir. Bu amaçla taramalı elektron mikroskobu işlemlerine tabi tutulan diğer örnekler önce vakumlu desikatörde dehidrate edilmiş, daha sonra ise gümüş ile kaplanmıştır. Bu şekilde daha ayrıntılı görüntüler elde edilmesi mümkün olmuştur (Şekil 14-25, 28, 30 ve 31).

6.2. Adezivlerin Bağlanma Etkinliği ve Mekanizması

6.2.1. Tek Bileşenli Bir Basamaklı Self-Etch Adezivler

Günümüzde popülaritesi giderek artan bir basamaklı self-etch adeziv sistemler asitleme, primer ve adeziv rezin uygulama işlemlerini tek bir basamakta birleştirirler (3,4,6,16,27,29,31,33). Böylelikle çalışma ve uygulama süresinin kısalması dişhekimlerinin bu adezivleri kullanmayı tercih etmelerine neden olmuştur (2,16,13,28,34,35,36,37,38,40,43,48,49,77). İlk geliştirilen iki bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerde, bileşenler kullanılmadan hemen önce karıştırılırlar ve hidrofilik ve hidrofobik yapılardan meydana gelen bu karışım diş yüzeyine uygulanır (77). Uygulamayı daha da

basitleştirmek amacıyla en son geliştirilen sistem ise tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerdir.

Son zamanlarda piyasaya sürülen tek bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemleri kapsamlı olarak karşılaştıran çalışmalar henüz bulunmamaktadır. Bu çalışmada test edilmek üzere, kimyasal bileşen olarak içerdikleri self-etching adeziv monomer, monofonksiyonel monomer, çözücü ve pH değerleri birbirinden farklı olan dört adet adeziv seçilmiştir (Çizelge 1).

6.2.1.1. Çok Hafif Asidik Self-Etch Adezivler

Self-etch adezivlerin, yapılarında bulunan monomerlerin konsantrasyonlarına ve asidik rezin monomerlerin asidik çözünürlük katsayılarına göre diş yapılarında oluşturdukları demineralizasyon derecesi farklı olmaktadır (4,17,39). Fonksiyonel monomerlerin pH'ı ne kadar düşük ise diş yüzeyinde meydana gelen demineralizasyon o kadar derin olduğundan dolayı, bu adezivler asiditelerine göre alt gruplara ayrılmaktadırlar (Çizelge 1; 4,39,24,78).

Clearfil S³, son yıllarda geliştirilen ve pH'ı diğer self-etch adezivlere göre en yüksek olan (2.7) tek aşamalı bir basamaklı self-etch adezivdir. Clearfil S³, çok hafif asidik bir adeziv olmasına rağmen, çalışmada test edilen diğer self-etch adezivler ile karşılaştırıldığında, minedeki bağlanma dayanımı değerleri açısından istatistiksel olarak bir fark bulunmamıştır. Bu adezivin diğer bir basamaklı self-etch adezivlerle karşılaştırıldığı bazı çalışmalarda, Clearfil S³'in minedeki bağlanma dayanımının daha yüksek olduğu rapor edilirken (4,79,80,) bazı araştırmacıların elde ettiği sonuçlar ise çalışmamızın bulguları ile benzerdir (81,82). Yine başka bir çalışmada, Clearfil S³ ve Clearfil SE'nin pürüzlendirilmiş ve pürüzlendirilmemiş minede, taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağıtan X-ışını analizi ile karşılaştırıldığı bir çalışmada, her iki adezivin pürüzlendirilmiş minede oluşturduğu demineralizasyon derinlikleri arasında fark bulunmamıştır (83). Daha az asidik

olmasına rağmen, çalışmamızda da Clearfil S³ ve Clearfil SE ile minede benzer bağlanma dayanımı sonuçlarının elde edilmesi, materyallerin demineralizasyon potansiyellerinin benzerliğinden kaynaklanabilir.

Clearfil S³'in rezin-mine ve rezin-dentin arayüzüne ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri incelendiğinde, mine ve dentinde çok kalın olmayan bir hibrit tabakası gözlenmiştir (Şekil 16 ve 22). Self-etch adezivlerde hibrit tabakasının morfolojik özelliklerinin, bu adezivlerdeki fonksiyonel monomerlerin asiditelerinin derecesine bağlı olması çok kalın olmayan bir hibrit tabakasının oluşmasına neden olabilir (2).

Test edilen bir basamaklı self-etch adezivler içinde, dentinde en yüksek bağlanma dayanımı değeri Clearfil S³'e aittir. Bu adezivin dentindeki bağlanma dayanımını test eden diğer çalışmalardan elde edilen sonuçlar da bulgularımızı desteklemektedir (4,17,35,37,81). Clearfil S³'in yapısında fosfor içeren bir monomer olan 10-MDP bulunmaktadır. 10-MDP, mine ve dentini asitleme yeteneği olan ve hidroksiapatitteki kalsiyum tuzları ile kimyasal olarak bağlanabilen bir monomerdir (45,84-88). 10-MDP'nin kimyasal bağ oluşturması, adezyon-dekalsifikasyon kavramı ile açıklanmıştır (84-86). Bu kavrama göre, adezivlerin yapısında bulunan fonksiyonel monomerler, ya diş dokusunu dekalsifiye etmekte ya da ona bağlanmaktadır (85). Fonksiyonel grup ilk olarak hidroksiapatitteki kalsiyum ile iyonik olarak etkileşmektedir (85). Meydana gelen kalsiyum-monomer kompleksinin adeziv süspansiyonundaki stabilitesine bağlı olarak bu iyonik bağ, ya ayrışarak diş yüzeyinde demineralizasyona neden olur ya da sağlamlığını koruyarak kalsiyum ile kimyasal olarak bağlanır (85). Asidik monomerin oluşturduğu bu kalsiyum tuzunun yapısı ne kadar stabil ve çözünmeye karşı ne kadar dirençli olursa, hidroksiapatit içeren yapıya bağlanması o kadar kuvvetli ve sağlam olur (86,89). X ışını foto elektron spektroskopisi ve atomik absorpsiyon spektrofotometrisi ile yapılan çalışmalarda, 10-MDP'nin klinikteki uygulama süresi içinde, hidroksiapatite yüksek bir kimyasal bağlanma potansiyeli

gösterdiği ve kuvvetli ve hidrolize dirençli bir bağ oluşturduğu belirtilmiştir (86,89).

Clearfil S³'in, dentindeki mikrogerilme bağlanma dayanımı değerlerinin, diğer tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerden daha yüksek bulunması ($p<0.05$), 10-MDP'nin yukarıda anlatılan yapısal özelliklerine ve moleküler ayrışma teknolojisine bağlanabilir (45,84-88).

Moleküler ayrışma teknolojisi, adeziv içinde homojeniteyi sağlayan ve aseton içeren tek bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerde görülen faz ayrılması olayını önleyen bir teknoloji olarak tanımlanır (4). Üretici firma bu teknolojiyi, diş dokusunu dekalsifiye etme ve diş dokusuna penetrasyon özelliklerini koruyarak hidrofilik ve hidrofobik bileşenlerin aynı sıvı içerisinde moleküler düzeyde homojen kalmasını ve çözücünün buharlaşması halinde bile bu homojenitenin korunması şeklinde ifade etmektedir (90). Bu teknolojinin ayrıca aseton esaslı bir basamaklı self-etch adeziv sistemlerde oluşan faz ayrılması olayını da önlediği belirtilmiştir (45). Bu olay, özellikle HEMA içermeyen ve çalışmamızda da test edilen G-Bond gibi adezivlerde, aşağıdaki bölümde tartışılacağı gibi, daha belirgin hale gelmektedir.

6.2.1.2. Hafif Asidik Self-Etch Adezivler

Bond Force, bu çalışmada test edilen iki adet hafif asidik tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivden birisidir. Piyasada mevcut olan tek aşamalı self-etch adezivlerin çoğunun, pH'ı 2.0 dolaylarındaki hafif asidik adezivler olduğu göze çarpmaktadır. Çalışmada test edilen diğer hafif asidik tek bileşenli bir basamaklı adeziv olan G-Bond'ta HEMA bulunmamasına rağmen Bond Force, monofonksiyonel monomer olarak HEMA içermesi nedeniyle çalışmaya dahil edilmiştir.

Literatürde bir ve iki basamaklı hafif asidik self-etch adeziv sistemlerin, minde sığ bir demineralizasyon oluşturdukları belirtilmiştir (4,78). Farklı adezivlerin bağlanma performansını ultramorfolojik olarak inceleyen bir

çalışmada, hafif asidik tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerin, minedeki demineralizasyon derinliğinin bağlanma dayanımı ile doğrudan ilişki olduğu ifade edilmiştir (78). Çalışmamızda da, Bond Force ile minede düşük bağlanma dayanımı şeklinde elde edilen bulgu demineralizasyon derinliği ile ilişkilendirilebilir ve yukarıdaki çalışmanın sonucunu destekler niteliktedir. Bond Force'un mine ve dentine olan bağlanma dayanımlarını inceleyen yayınlanmış araştırmalar bulunmadığından, bu çalışma sonucu elde edilen bulgular karşılaştırılmamaktadır.

Hafif asidik self-etch adezivlerin bağlanma dayanımlarının değerlendirildiği çalışmalarda, bu adezivlerin dentini sadece 1 µm derinliğe kadar demineralize ettiği ve kollajene bağlı hidroksiapatitlerin kaldığı bu yüzeyel demineralizasyonun kısmen meydana geldiği belirtilmiştir (2,13). Literatürde hafif asidik self-etch adezivlerin, hibrit tabakası kalınlığının 0.5-1.0 µm arasında olduğu bildirilmiştir (2,13,38,39). Bu çalışmada Bond Force ile elde edilen hibrit tabakasının kalınlığının 2.00 ile 2.30 µm arasında değiştiği saptanmıştır (Şekil 23). Bununla birlikte, hafif asidik self-etch adeziv olan Bond Force ile yapılacak olan daha fazla ultramorfolojik çalışmaya ihtiyaç vardır.

Bu adezivin yapısında bulunan fonksiyonel monomer, fosforik asit ester monomerdir. Fosforik asit ester monomerlerin, eş zamanlı olarak, biri hidroksiapatiti çözerek dekalsifiye eden ve suda çözünen ve diğeri suda çözünmeyen olmak üzere iki tip fosforik asit ester-hidroksiapatit bileşiği meydana getirdikleri ve suda çözünmeyen bileşiğin kimyasal bağlanmayı sağladığı belirtilmiştir (84). Bond Force'un mine ve dentine olan bağlanma dayanımları karşılaştırıldığında, bu adeziv gibi fosforik asit ester monomer içeren tek bileşenli bir basamaklı bir self-etch adeziv olan Xeno V ile arasında fark olmadığı saptanmıştır (Çizelge 3 ve 4).

Rezin-dentin arayüzüne ait taramalı elektron mikroskobu görüntülerinde, Bond Force'un az sayıda ve Xeno V'teki kadar olmasa da uzun ve daha ince rezin taglar meydana getirdiği gözlenmiştir (Şekil 27).

Ancak, Bond Force ve Xeno V'in dentine olan mikrogerilme bağlanma dayanımlarının, 10-MDP monomeri içeren Clearfil S³'ten istatistiksel olarak daha düşük bulunması, 10-MDP'nin daha fazla ümit veren bir monomer olduğu sonucunu doğurabilir. Bununla birlikte, bu bulgunun tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerin ömrünü araştıran uzun dönemli bağlanma dayanımı ve sızıntı çalışmaları ile desteklenmesi gerekmektedir.

Çalışmamızda test edilen diğer hafif asidik tek bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv olan G-Bond, monomer olarak 4-MET içerir. Bu monomer, polimerize olabilen bir karboksilik asittir ve 4-META formunda bulunur (51). Self-etch adezivlerin kimyasal yapısının incelendiği bir derlemede, 4-MET'in yapısındaki karboksilik asidin asiditesinin, self-etching adeziv monomerler arasında en düşük olduğu belirtilmiştir (49,51). Karboksilik asidin bu sınırlı demineralizasyon etkisine rağmen, bu çalışmada, tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerin mineye olan bağlanma dayanımları arasında fark bulunmamıştır.

Van Landuyt ve ark., farklı adezivlerin mine ve dentine olan bağlanma dayanımlarını karşılaştırdıkları bir çalışmada, G-Bond ve yine tek bileşenli bir basamaklı self-etch adeziv olan Xeno IV'ün minedeki bağlanma dayanımları arasında fark olmadığı ifade edilmiştir (81). Burrow ve ark. tarafından, kuvvetli asidik bir self-etch olan Adper Prompt L-Pop ve çalışmamızda da test edilen G-Bond ve Clearfil S³ ile yapılan bir çalışmada, adezivlerin mine ve dentine bağlanma dayanımları arasında istatistiksel olarak bir fark olmadığı saptanmıştır (82). Yine, G-Bond ve Clearfil S³ Bond'un minedeki bağlanma dayanımları karşılaştırılmış ve bir fark olmadığı belirlenmiştir (80). Çalışmamızda, tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerin minedeki bağlanma dayanımı değerleri arasında bir farklılık bulunmaması yukarıdaki çalışmaların bulgularını desteklemektedir.

Yapılan araştırmalarda, self-etch adezivlerde kullanılan fonksiyonel monomerlerin, hidroksiapatite bağlanma performansları karşılaştırılmıştır (84-86,89). 4-MET'in hidroksiapatite kimyasal olarak bağlanma performansı, 10-

MDP'den daha az olmakla beraber, hidroksiapatitteki kalsiyum ile iyonik bir bağ oluşturabildiği ancak oluşan Ca-MET tuzunun çözünürlüğünün yüksek ve bu nedenle çok stabil olmadığı belirtilmiştir (51,86). Bununla beraber, 4-MET'in diş dokularına kimyasal olarak bağlanıyor olması, bu monomeri içeren adezivlerin 10-MDP içeren adezivlere göre, mine ve dentinde yüksek bağlanma değerleri göstermesine neden olmamaktadır (86).

Bu çalışmada da G-Bond, tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler arasında dentinde en düşük bağlanma dayanımı gösteren adeziv olmuştur. Bunun nedeni, aşağıdaki bölümde tartışıldığı gibi, HEMA içermeyen adezivin yapısından dolayı meydana gelen faz ayrılması olayı olabilir. Self-etch adezivlerde meydana gelen faz ayrılması olayının ve dolayısıyla rezin ile mine ve dentin arayüzünde kalan su damlacıklarının, adezivlerin mekanik özelliklerini etkileyerek düşük bağlanma dayanımına neden olabileceği rapor edilmiştir (25,45).

HEMA, self-etch adeziv sistemlerde monofonksiyonel monomer olarak en sık kullanılan, ıslatma ajanı olarak görev yapan ve rezinin, açığa çıkmış kollajene difüzyonunu sağlayan bir metakrilattır (44,45,47,49,91). Geleneksel adezivlerde genellikle hacimce %35-55 oranında bulunan HEMA su, etanol ve/veya asetonda iyi çözünür (44). Tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerdeki tüm bileşenler, tek bir şişede su veya alkol esaslı çözücüler sayesinde bir arada bulunur (47). Çözücü, bileşenleri bir arada tutar ancak, adeziv uygulandığında çözücünün buharlaşması birçok su damlacığının oluşmasına yol açan faz ayrılmasını tetikleyebilir (44,45,47,91). G-Bond'da çözücü olarak aseton ve su bulunmaktadır (33,46). Su ile karşılaştırıldığında asetonun buhar basıncı düşüktür ve bu nedenle çok çabuk buharlaşır (33,46). Şişesinden damlatılır damlatılmaz çözücünün buharlaşmaya başlaması ile birlikte adezivin içerisindeki su diğer bileşenlerden ayrılır ve bu olay faz ayrılması olarak isimlendirilir. Çözücünün kademeli olarak buharlaşması, faz ayrılması reaksiyonunu belirginleştirir ve su diğer adeziv bileşenlerden ayrılır. Bu olayda HEMA kritik bir rol oynayarak hidrofilik özelliğinden dolayı, su ile

diğer adeziv bileşenlerin ayrılmasını önlemektedir (44,45,47,49,51). Hidrofobik rezin içerisinde su kalırsa, adeziv rezin içerisinde su damlacıkları oluşmaktadır (33).

Self-etch adezivlerdeki faz ayrılması olayı, deneysel adezivlerde ve G-Bond'da gösterilmiştir (33,45-47,92). Resin ile diş dokusu arasındaki yüzeylere ait SEM incelemelerinde, faz ayrılması sonucu oluşan ve ışıkla sertleştirildikten sonra adeziv tabakası içerisinde hapsolan, çevresi transparan halka ile çevrili su damlacıkları rapor edilmiştir (45-47,92). Çalışmamızda elde ettiğimiz elektron mikroskopik görüntülerde de, adeziv tabakasında ve hibrit tabakasına yakın alanlarda yer alan, büyüklükleri değişen ve çevresi transparan halka ile çevrili çok sayıda su damlacıklarının olduğu belirlenmiştir (Şekil 22 ve 28).

Meydana gelen bu olayı engellemek için, üretici firma tarafından G-Bond içerisindeki çözücünün kuvvetli hava basıncı (4 bar) ile uzaklaştırılması önerilmektedir (81,93). Adezivin uygulanması sırasında, üretici firma talimatlarına aynen uyulmuş olmasına rağmen faz ayrılması meydana gelmiştir. Ikeda ve ark., çözücünün uzaklaştırılmasının adezivlerin bağlanma dayanımına etkisini araştırdığı çalışmalarında, çözücünün hava ile kurutma süresini arttırmanın, tüm bir basamaklı self-etch adezivlerde daha yüksek bağlanma dayanımına neden olduğunu bulmuşlardır (46). Araştırmacılar, çözücünün buharlaşma derecesinin adezivlerdeki uçucu bileşenlerin farklı olmasından kaynaklandığını ve G-Bond'un hava ile uzun süre kurutulmasının adezivin uçucu kısımlarını ve dolayısıyla su damlacıklarını azaltmadığını belirtmişlerdir (46). Çalışmamızın bulguları yukarıdaki araştırma ile benzerlik göstermektedir. Buna göre, G Bond'un teknik hassasiyet gerektiren bir adeziv olduğu ve uygulanması sırasında özellikle içerisindeki suyun uzaklaştırılması konusunda çok dikkat edilmesi gerektiği ve çözücünün hava ile uzaklaştırma süresinin üretici firmanın önerdiği süreden daha fazla yapılması gerektiği söylenebilir.

6.2.1.3. Orta Kuvvetli Self-Etch Adezivler

Xeno V, orta kuvvetli asidik bir self-etch adeziv olup, bu araştırmanın yapıldığı sırada piyasada mevcut olan en asidik (pH=1.5) tek bileşenli bir basamaklı iki self-etch adezivden birisidir. Tek bileşenli adezivler içerisinde en son geliştirilenlerden birisi olan Xeno V, diğer adezivlerden farklı olarak yeni kullanılmaya başlanan monomerler içermesi dolayısıyla da çalışmaya dahil edilmiştir.

Bu adezivin yapısında, mine ve dentini asitleme etkisinde olan ve G-Bond ve Bond Force gibi orta kuvvetli diğer tek bileşenli self-etch adezivlerde de bulunan bir fonksiyonel monomer olan fosforik asit ester yanında, akrilamino alkilsülfonik asit (asidik akrilik amid) bulunmaktadır (Çizelge 1). Alkilsülfonik asit, asiditeyi arttırması yanında, bağlanma dayanımını iyileştirmek amacı ile de adezivin yapısına eklenmiştir (94). Akrilamidler, metakrilatlardaki hidroliz ile ilgili problemleri gidermek üzere son yıllarda kullanılmaya başlanan monomerlerdendir (49). Akrilamidlerdeki amid grubunun hidrolitik stabilitesinin, geleneksel akrilat ve metakrilatlardaki ester grubuna göre daha fazla olduğu bildirilmiştir (49,51). Adezivde monofonksiyonel monomer olarak bulunan diğer bir bileşen ise, çoğu adezivde kullanılan metil metakrilat monomerler veya HEMA değil, akrilik asittir. Geçmişte akrilik amid monomer içeren deneysel adezivlerden bazılarının HEMA içeren monomerlere eşit veya daha iyi bağlanma dayanımı sonuçları verdiği belirtilmektedir (49).

Xeno V'in rezin-mine ve rezin-dentin arayüzüne ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri incelendiğinde, hem mine hem de dentin yüzeyinde oldukça düzenli olarak meydana gelmiş bir hibrit tabakası gözlenmiştir (Şekil 23 ve 29). Bağlanma mekanizmasını ve hibrit tabakasının morfolojisini incelemek üzere taramalı ve geçirmeli elektron mikroskop (sırasıyla, SEM ve TEM) ile birçok ultramorfolojik incelemeler yapılmıştır. Hibrit tabakasının kalınlığının, adezivlerdeki fonksiyonel monomerlerin asiditesine bağlı olduğu

(2) belirtilmekte ve çeşitli adezivlerin meydana getirdiği hibrit tabakası kalınlıkları için farklı sonuçlar rapor edilmektedir (23,36,95). Araştırmalarda, kuvvetli asidik self-etch adezivler ile elde edilen hibrit tabakasının kalınlığının (1.7-4.5 μm), hafif asidik self-etch adezivler ile elde edilenden (0.7-1.5 μm) daha fazla olduğu belirtilmiştir (36,96). Self-etch adezivler içerisinde asiditesi 1.5 pH dolaylarında olan çok fazla materyal bulunmamakla beraber, literatürde bildirilen sonuçlardan biri, iki basamaklı bir self-etch adeziv olan Adhese (2.3 μm) ve diğeri ise aynı firmaya ait tek bileşenli bir basamaklı bir self-etch adeziv olan Adhese One'a (0.9 μm) aittir (23,36). Çalışmamızda, arayüz incelemesi için Xeno V ile hazırlanan örneklerden ölçülen hibrit tabakasının kalınlığı yaklaşık 3.05 μm olarak bulunmuştur. Bununla beraber, yeni geliştirilen akrilamid monomerlerin kullanıldığı bu tip adezivler ile ultramorfolojinin ve adezyon ömrünün araştırılacağı çalışmalara ihtiyaç vardır.

Çalışmamızda, SEM ile yapılan incelemelerde elde edilen diğer bir bulgu, kullanılan tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler içinde dentindeki en uzun rezin tag görüntülerinin Xeno V'e ait olduğudur. Bununla beraber, tek bileşenli bir basamaklı bir self-etch adeziv sistem ile rezin tag uzunluğunun dentine bağlanmaya etkisinin araştırıldığı bir çalışmada, rezin tag uzunluğunun bir basamaklı self-etch adezivlerin bağlanma dayanımı ile ilişkili olmadığı belirtilmiştir (96). Çalışmamızda kullanılan ve en hafif asidik adeziv olan Clearfil S³ ile elde edilen rezin tag uzunluğu, Xeno V ile elde edilene göre çok daha kısa olmasına rağmen, bağlanma dayanımı değerlerinin istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek olması da bu bulguları desteklemektedir.

Xeno V'in minedeki mikrogerilme bağlanma dayanımı değerlerinin, test edilen diğer self-etch adezivlerle karşılaştırıldığında, istatistiksel olarak fark olmadığı görülmektedir. Dentinde ise Bond Force dışındaki diğer tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler arasında, G-Bond'dan daha yüksek ve Clearfil S³'ten daha düşük bağlanma dayanımı göstermiştir. Daha yüksek asiditesine rağmen böyle bir bulgunun elde edilmesi, pH değerinin bağlanma

dayanımındaki farklılıkları değerlendirmede zorunlu bir parametre olarak kabul edilmemesi gerektiği şeklinde değerlendirilebilir (97). Literatürde, adezivlerin başlangıç asiditesinin çok yüksek olmasının bağlanma performansını olumsuz olarak etkilediği ve genellikle düşük pH değeri olan self-etch adezivlerde, mine ve dentinde düşük bağlanma dayanımları elde edildiği rapor eden araştırmalar vardır (13).

Bir basamaklı self-etch adezivlerin tümünün yapısında, yüksek konsantrasyondaki su ile birlikte çözücü olarak genellikle aseton ve etanol gibi alkol esaslı bir madde de bulunmaktadır (49,51). Çalışmamızda test edilen Bond Force ve Xeno V'te ise çözücü olarak sırasıyla izopropil alkol ve tersiyer bütül alkol bulunmaktadır (Çizelge 1). Xeno V'in yapısındaki tersiyer bütül alkolün, etanol ve izopropanol gibi adeziv karışımın içindeki metakrilat rezinlerin metil grupları ile etkileşmediği ve tersiyer bütanol içeren adezivlerin, etanol ve izopropanol içerenlere göre daha stabil olduğu iddia edilmektedir (94). Bununla beraber, son geliştirilen tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerde yeni kullanılmaya başlanan bu tür çözücülerin, adezivlerin mekanik özelliklerine ve dolayısı ile bağlanma dayanımına etkisinin araştırılması gerekmektedir.

6.2.2. İki Basamaklı Self-Etch ve Etch&Rinse Adezivler

Hafif asidik iki basamaklı bir self-etch adeziv olan Clearfil SE, bu çalışmadaki kontrol gruplarından birisidir. İki ve bir basamaklı self-etch adezivler, genellikle benzer yapıda bileşenler içermelerine rağmen, bu bileşenlerin miktarlarının farklı olması her iki adeziv sistemi birbirinden farklı kılmaktadır (46,87,93,97). İki basamaklı self-etch adezivlerde, primer solüsyonunda organik bir çözücü ve su içerisinde çözünen bir self-etching adeziv monomer ve bonding solüsyonunda ise çözücü içermeyen hidrofobik çapraz bağlayıcı monomerler bulunur. Bir basamaklı self-etch adezivlerde, hem hidrofilik hem de hidrofobik monomerler bir karışım halinde bulunur

(46,87,92). Tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler ise, hidrofobik çapraz bağlayıcı monomerler ile birlikte, yüksek konsantrasyonlarda çözücü ve su içerisinde çözünen asidik fonksiyonel monomerler içermektedir (46,87,92). Çözücü ve monomerlerin, bir adezivin %50'sinden fazlasını oluşturmasının, diş yüzeyine uygulanan hidrofobik monomer miktarının düşük olmasına neden olduğu ifade edilmiştir (46,87,92). Ayrıca uygulama basamağı azaltılmış olan bir basamaklı sistemlerde, adeziv geçirgenliğinin fazla olduğu saptanmıştır. Osmoz yoluyla dentinden gelen ve hibrit tabakasını ve adeziv rezini geçerek adeziv tabakası yüzeyinde biriken suyun, bir basamaklı adezivler ile kompozit rezin arasında bağlantıyı bozan bir faktör olduğu rapor edilmiştir (46,98). Tüm bu nedenler ile, iki basamaklı self-etch adezivlerin bağlanma etkinliklerinin, bir basamaklı self-etch adezivlerden daha üstün olduğu bildirilmektedir (46,87,92,97).

Çalışmamızda Clearfil SE ile dentinde elde edilen bağlanma dayanımı sonuçlarının literatür ile uyumlu olduğu görülmektedir (46,82,98). Ayrıca, Clearfil SE ile dentinden elde edilen elektron mikroskobu görüntülerinde, kalınlığı 1.08-4.09 µm arasında olan düzgün bir hibrit tabakası ile birlikte gözlenen rezin tagların sayısının diğer adezivler ile elde edilenden çok daha fazla olması, ayrı şişedeki adeziv rezinin dentine penetrasyonun daha iyi olduğu şeklinde yorumlanabilir.

Bir veya iki basamaklı self-etch adeziv sistemlerin, minedeki bağlanma etkinlikleri ise bu dokuyu asitleyebilme potansiyelleri ile ilişkilidir. Demineralizasyon potansiyelleri ve minenin pürüzlendirilmiş veya pürüzlendirilmemiş olması, self-etch adezivlerin mineye bağlanmasını etkileyen faktörlerdendir (99,100). Hafif asidik self-etch adezivlerin fosforik aside göre minede daha sığ bir demineralizasyon ve bunun sonucunda da mikromekanik bağlanma için daha düşük bir potansiyel gösterdikleri belirtilmiştir (4,11,13,79). Clearfil SE'nin fosforik asit içeren iki basamaklı etch&rinse bir adeziv One Step'ten daha düşük bağlanma dayanımı göstermesi, minedeki demineralizasyon yeteneğinin daha az olmasına

bağlanabilir. Bununla beraber, test edilen tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerle Clearfil SE arasında mineye bağlanma dayanımı açısından fark bulunmamıştır. Literatürde, çok hafif asidik ve hafif asidik bir basamaklı self-etch adezivlerin minedeki infiltrasyon derinliğinin, Clearfil SE ile benzer olduğunu gösteren bir çalışma mevcuttur (78).

İki basamaklı etch&rinse bir adeziv olan One-Step, bu çalışmadaki diğer kontrol grubunu oluşturmaktadır. Bu adezivle de birlikte kullanılan %37'lik fosforik asit ile minenin asitlenmesi, hidroksiapatit kristallerinin selektif olarak çözünmesine neden olur (13). Asitleme ile ayrıca interprizmatik aralıkların arttırıldığı ve böylece rezin-mine bağlantısında mikromekanik retansiyonun sağlandığı kabul edilmiştir (11). Rezinin, mikroretansiyon alanlarına penetrasyonu ve ışıkla sertleştirilmesi sonucu rezin tagların oluşumu minedeki retansiyonda önemli bir rol oynar (13). Literatürde farklı adezivlerin bağlanma dayanımlarının değerlendirildiği çalışmalarda, üç ve iki basamaklı etch&rinse adezivlerin, iki basamaklı ve bir basamaklı self-etch adezivlere göre minede daha yüksek bağlanma dayanımı gösterdiği bildirilmektedir (2,4,11,39,101). Çalışmamızda da test edilen adezivler içerisinde, minede en yüksek bağlanma dayanımı gösteren adeziv sistem etch&rinse adezivdir.

Dentinde ise, fosforik asit ile asitleme işlemi sonucu smear tabakası uzaklaştırılır ve 3-5 µm derinliğe kadar demineralizasyon sağlanır (2,87,102). Etch&rinse adezivlerin dentine bağlanma mekanizması, temelde difüzyon esasına dayanır ve rezinin açığa çıkmış kollajen ağına infiltrasyonu veya hibridizasyon şeklinde ifade edilir. Fonksiyonel monomerlerin, hidroksiapatiti ortadan kalkmış olan kollajene afinitesinin zayıf olması nedeniyle, gerçek bir kimyasal bağlanma olası değildir (13). Çalışmamızda, dentine olan bağlanma dayanımları açısından, iki basamaklı etch&rinse adeziv One-Step ile iki ve bir basamaklı self-etch adezivler Clearfil SE ve Clearfil S³ arasında istatistiksel olarak fark bulunmaması, self-etch adezivlerin kimyasal olarak bağlanma yeteneğinin olması ile açıklanabilir. Literatürde, dentine bağlanma açısından,

iki basamaklı etch&rinse ve iki basamaklı self-etch adezivler arasında fark olmadığını gösteren çalışmalar mevcuttur (4,13,38,97,103).

Bu adeziv ile elde edilen, rezin-dentin arayüzüne ait taramalı elektron mikroskobu görüntülerinde, kalınlığı 1.6-5.43 µm olan düzgün bir hibrit tabakası saptanmış ve bu kalınlığın literatürde bildirilen değerler ile uyumlu olduğu görülmüştür (8,18,43,104). Yine SEM görüntülerinde dentin kanallarına penetre olmuş çok sayıda rezin tag gözlenmiştir (Şekil 25 ve 31). Ayrıca, bu bulgu Clearfil SE'de gözlenen rezin tag sayısı ile kıyaslandığında, iki adeziv arasında belirgin bir farkın olmadığı belirlenmiştir. One-Step'in dentinde yüksek bağlanma dayanımı göstermesi, üç basamaklı etch&rinse bir adeziv ile dentin arasındaki etkileşimi taramalı elektron mikroskobu ile inceleyen bir çalışmadaki, rezin tag sayısının dentine bağlanmada mikromekanik bağlanmayı arttırabileceği şeklindeki bulguyu desteklemektedir (22).

Self-etch adezivlerle yapılan klinik çalışmalarda, *in vitro* çalışmalarda olduğu gibi adezivler arasında her zaman farklılık bulunmayabilir. G-Bond'un Optibond FL ile kıyaslandığı randomize 1 yıllık klinik bir çalışmada, her iki adeziv klinik olarak eşit oranda başarılı bulunmuştur (50). Bununla beraber, tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerin klinik performansının değerlendirildiği çalışmalara ihtiyaç vardır.

6.3. Sonuçlar

Bu çalışmada elde edilen bulgulara göre aşağıdaki sonuçlar çıkarılabilir:

1. Tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler Clearfil S³, Bond Force, G-Bond ve Xeno V'in minedeki bağlanma etkinlikleri benzerdir. Buna göre, adezivlerin kimyasal yapılarından çok demineralizasyon potansiyellerinin minedeki bağlanma dayanımını belirleyen parametrelerden birisi olduğu sonucuna varılabilir.

2. Tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler arasında, dentindeki en yüksek bağlanma dayanımı değeri, çok hafif asidik bir adeziv olan Clearfil S³'e aittir ($p < 0.05$). Buna göre, adezivlerin pH değerinin dentindeki mikrogerilme bağlanma dayanımını belirleyen bir parametre olmadığı ve self-etching adeziv monomerin kimyasal yapısının dentine adezyonda daha etkili olduğu sonucuna varılabilir. Dentindeki en düşük bağlanma dayanımı değeri ise HEMA içermeyen bir adeziv olan G-Bond'a aittir. Buna göre, tek aşamalı bir basamaklı self-etch adezivlerin yapısal elemanlarının dentindeki bağlanma dayanımını belirleyen parametrelerden birisi olduğu sonucuna varılabilir.

3. Clearfil SE'nin mineye ait bağlanma dayanımı değerleri, tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerden daha yüksek olmasına rağmen aralarında istatistiksel olarak fark yoktur. Minedeki en yüksek bağlanma dayanımı değeri iki basamaklı etch&rinse adeziv One-Step'e aittir ($p < 0.05$). Buna göre, etch&rinse adezivlerin, mine dokusuna bağlanma açısından hala altın standart olduğu söylenebilir. Dentinde ise iki basamaklı self-etch adeziv Clearfil SE ve etch&rinse adeziv One-Step'e ait bağlanma dayanımı değerleri benzer sonuçlar vermiştir ($p > 0.05$).

4. Bir basamaklı self-etch adezivler ile hem minede hem de dentinde en sık görülen başarısızlık tipi adeziv tipte başarısızlık iken, iki basamaklı self-etch ve etch&rinse adezivlerde koheziv tipteki başarısızlık çoğunluktadır. Bu sonuç, 'zayıf' adezivlerin 'kuvvetli' adezivlere göre adeziv kopmaya eğilimli olduğu şeklinde yorumlanabilir.

5. Tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler ile minede elde edilen asitlenmiş alanın derinliği 0.8-2.89 μm arasında değişmektedir. Kontrol olarak alınan adezivler One-Step ve Clearfil SE'de ise, hibrit tabakasının kalınlığı 0.8-4.35 μm arasındadır. Tüm self-etch adezivlerde, minede rezin tag oluşumu gözlenmemiştir. Buna göre, self-etch adezivlerin demineralizasyon etkilerinin zayıf olduğu söylenebilir.

6. Tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler ile dentinde elde edilen hibrit tabakasının kalınlığı 2.0-4.9 μm arasında ölçülmüştür. Çalışmada test edilen tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler arasında, dentindeki en uzun rezin taglar Xeno V'te ve en fazla sayıda rezin taglar ise kontrol olarak alınan adezivler One-Step ve Clearfil SE'de elde edilmiştir. Genel olarak adezivlerin dentin dokusuna bağlanması açısından, rezin tag uzunluğunun sonuçları etkilemediği fakat rezin tag sayısının bağlanmada etkili olduğu söylenebilir.

7. Uygulama basamağı azaltılmış olan ve son dönemlerde geliştirilen tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerin, minedeki ve dentindeki bağlanma etkinliklerine ve mekanizmasına ait kısa dönem sonuçlarının karşılaştırmalı olarak analizinin yapıldığı bu çalışmanın, aynı test metodolojisi uygulanarak yapılacak olan diğer araştırmalara temel oluşturacağı düşünülmektedir.

7. ÖZET

Bir Basamaklı Self-Etch Adeziv Sistemlerin Mine Ve Dentine Bağlanma Etkinliklerinin Ve Mekanizmasının In Vitro Olarak Araştırılması

Bu çalışmanın amacı, tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivlerin, mine ve dentine olan bağlanma etkinliklerinin ve mekanizmalarının, mikrogerilme bağlanma dayanımı testi, başarısızlık tiplerinin analizi ve rezin-mine/dentin arayüzünün taramalı elektron mikroskobunda incelenmesi ile araştırılmasıdır.

Tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler (Clearfil S³, Bond Force, G-Bond ve Xeno V) ve kontrol grubu olarak iki basamaklı self-etch adeziv (Clearfil SE) ve iki basamaklı etch&rinse adeziv (One-Step) insan üçüncü molar dişlerine uygulandı. Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi gerçekleştirildi. İstatistiksel analiz için iki yönlü ANOVA, Dunnet C ve student-t testi uygulandı.

Kırılan örnekler stereomikroskopta ve SEM’de değerlendirildi.

Rezin-mine/dentin ara yüzeyleri SEM’de incelendi.

Mikrogerilme bağlanma dayanımı testi sonuçlarına göre, minede Clearfil S³ (14.32±12.05), Bond Force (11.54±8.74), G-Bond (10.23±9.29), Xeno V (10.35±8.06) ve Clearfil SE (14.73±6.85) arasında fark bulunmamıştır (p>0.05). One-Step (28.78±9.75) en yüksek bağlanma dayanımı göstermiştir (p<0.05). Dentinde, One-Step (38.15±16.07), Clearfil S³ (31.71±18.80) ve Clearfil SE (46.34±12.92) ile farklılık göstermemiştir (p>0.05). Ancak, Clearfil S³ ve Clearfil SE’nin bağlanma dayanımları arasında fark tespit edilmiştir (p<0.05).

SEM görüntülerinde, Clearfil SE ve One-Step’in diğer adezivlere göre daha düzenli ve kalın bir hibrit tabakası gösterdikleri gözlenmiştir. G-Bond’ta adeziv tabakada çok sayıda su damlacığı tespit edilmiştir.

Mineye olan bağlanma dayanımları açısından, tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler Clearfil SE ile aynı derecede başarılı bulunmuştur. Ancak, etch&rinse adezivler mineye bağlanma açısından hala altın standarttır. Dentinde ise, iki basamaklı self-etch olan Clearfil SE en iyi bağlanma performansı ile self-etch adezivler arasında altın standart olarak kabul edilebilir. Bununla beraber, Clearfil S³ diğer tek bileşenli bir basamaklı self-etch adezivler içinde en çok ümit veren adeziv olmuştur.

Anahtar kelimeler: Adezyon, mikrogerilme bağlanma dayanımı, self-etch adezivler.

8. SUMMARY

In Vitro Evaluation of the Bonding Effectiveness and Mechanisms of One Step Self-Etch Adhesives to Enamel and Dentin

The aim of this study is to investigate the bonding effectiveness and bonding mechanisms of one component one step self-etch adhesives through microtensile bond strength test, the analysis of failure modes and resin-enamel/resin-dentine interfaces using a scanning electron microscopy.

One component one step self-etch adhesives (Clearfil S³, Bond Force, G-Bond ve Xeno V) and two-step self-etch adhesive (Clearfil SE) and two-step etch&rinse adhesive (One-Step) both serving as controls were applied to human third molars. Microtensile bond strength test was performed. Two way ANOVA, Dunnet C and student-t tests were performed for the statistical analysis.

The failed specimens were evaluated using a stereomicroscop and SEM.

Resin-enamel/dentin interfaces were examined by SEM.

The results of the microtensile bond strength test revealed, no significance among Clearfil S³ (14.32±12.05), Bond Force (11.54±8.74), G-Bond (10.23±9.29), Xeno V (10.35±8.06) and Clearfil SE (14.73±6.85) at enamel ($p>0.05$). One-Step (28.78±9.75) demonstrated the highest bonding strength ($p<0.05$). At dentine, there was no significant difference between One-Step (38.15±16.07), Clearfil S³ (31.71±18.80) and Clearfil SE (46.34±12.92) ($p>0.05$). However, a statistical significance was observed between Clearfil S³ and Clearfil SE ($p<0.05$).

SEM images revealed that Clearfil SE and One-Step have demonstrated a smooth and thicker hybrid layers than the other adhesives. Multiple droplets were distinguished in the adhesive layer of G-Bond.

All one component one step self-etch adhesives were found as successfull as Clearfil SE with regard to bonding to enamel. Nevertheless, etch&rinse adhesives still remain the golden standart for enamel bonding. Considering dentin bond strengths, Clearfil SE might be the golden standart for self-etch adhesives with its predominant bonding performance. However, Clearfil S³ was found to be the most promising adhesive among all one component one step self-etch adhesives.

Key words: Adhesion, self-etch adhesives, microtensile bond strength

9. KAYNAKLAR

1. Roberson TM, Heymann HO, Swift EJ. Sturdevant's Art & Science of Operative Dentistry. Fourth Edition. Missouri: Mosby, Inc 2002;235-61.
2. Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P et al. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. Dent Mater 2005;24:1-13.
3. Kerby RE, Knobloch LA, Clelland N, Lilley H, Seghi R. Microtensile bond strengths of one-step and self-etching adhesive systems. Oper Dent 2005;30:195-200.
4. Perdigao J, Gomes G, Gondo R, Fundingsland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part 1- Microtensile bond strengths. J Adhes Dent 2006;8:367-73.
5. Ibarra G, Vargas MA, Geurtsen W. Interfacial and surface characterization of two self-etching adhesive systems and a total-etch adhesive after bonding to ground and unground bovine enamel- A qualitative study. Clin Oral Investig 2006;10:331-41.
6. Knobloch LA, Gailey D, Azer S, Johnston WM, Clelland N, Kerby RE. Bond strength of one- and two-step self-etch adhesive systems. J Prosthet Dent 2007;97:216-22.
7. Macari S, Gonçalves M, Nonaka T, Dos Santos JM. Scanning electron microscopy evaluation of the interface of three adhesive systems. Braz Dent J 2002;13:33-8.
8. Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of Dental Hard Tissues. Japonya: Quintessence Publishing Co, Ltd 1998;37.
9. Hanning M, Bock H, Bott B, Hoth-Hanning W. Inter-crystallite retention of self-etching adhesives at enamel imaged by tem. Oral Sci 2002;110:464-70.
10. Moura SK, Pelizzaro A, Dal Bianco K, De Goes MF, Loguercio AD, Reis A, et al. Does the acidity of self-etching primers affect bond strengths and surface morphology of enamel? J Adhes Dent 2006;8:75-83.
11. Di Hipolito V, De Goes MF, De Oliveira Carrilho MR, Chan DCN, Daronch M, Sinhorette MAC. SEM evaluation of contemporary self-etching primers applied to ground and unground enamel. J Adhes Dent 2005;7:203-11.
12. Hobson RS, McCabe JF. Relationship between enamel etch characteristics and resin-enamel bond strength, Br Dent J 2002;192:463-8.

13. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P et al. Bounocure memorial lecture adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. *Oper Dent* 2003;28:215-35.
14. Montes MAJR, De Goes MF, Sinhoretta MAC. The in vitro morphological effects of some current pre-treatments on dentin surface: A SEM evaluation, *Oper Dent* 2005;30:201-12.
15. Cardoso PdeC, Loguercio AD, Vieira LC, Baratieri LN, Reis A. Effect of prolonged application times on resin-dentin bond strengths. *J Adhes Dent* 2005;7:143-9.
16. Pangrisomboon B, Harnirattisai C, Nilsri K, Borrow MF. Microtensile bond strength of self-etching systems to differently prepared dentin. *Am J Dent* 2007;20:259-305.
17. Ermis RB, De Munck J, Cardoso MV, Coutinho E, Van Landuyt KL, Poitevin A et al. Bond strength of self-etch adhesives to dentin prepared with three different diamond burs. *Dent Mater* 2008;24:978-85.
18. Breschi L, Perdigao J, Lopes MM, Gobbi P, Mazzotti G. Morphological study of resin-dentin bonding with TEM and in-lens FESEM. *Am J Dent* 2003;16:267-74.
19. Gökalp S, Kiremitçi A. Dentin adezivler 2000. *Hacettepe Dişhek Fak Derg.* 2001;25:44-51.
20. Moll K, Park HJ, Haller B. Bond strength of adhesive/composite combinations to dentin involving total- and self-etch adhesives. *J Adhes Dent* 2002;4:171-80.
21. Reis A, Pellizaro A, Dal-Bianco K, Gomes OM, Patzlaff R, Loguercio AD. Impact of adhesive application to wet and dry dentin on long-term resin-dentin bond strengths. *Oper Dent* 2007;32:380-7.
22. Andia-Merlin RY, Garone-Netto N, Arana-Chavez VE. SEM evaluation of the interaction between a three-step adhesive and dentin. *Oper Dent* 2001;26:440-4.
23. Santini A, Miletic V, Comparison of the hybrid layer formed by silorane adhesive, one-step self-etch and etch and rinse systems using confocal micro-Raman spectroscopy and SEM. *J Dent* 2008;36:683-91.
24. Tay FR, Pashley DH. Bonding to Cut Enamel, Eliades G, Watts DC, Eliades T, Dental Hard Tissues and Bonding, Western Europe: Springer Verlag 2005; 16-21.
25. Peumans M, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Three-year clinical effectiveness of a two-step adhesive in cervical lesions. *Eur J Oral Sci* 2005;113:512-8.

26. Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, De Oliveira Bauer JR, Grande RHM et al. Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin? *J Dent* 2008;36:309-15.
27. Ito S, Tay FR, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW et al. Effect of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent* 2005;7:133-41.
28. Pivetta MR, Moura SK, Barroso LP, Lascala AC, Reis A, Loguercio AD et al. Bond strength and etching pattern of adhesive systems to enamel: Effects of conditioning time and enamel preparation. *J Esthet Restor Dent* 2008;20:322-36.
29. Chiba Y, Rikuta A, Yasuda G, Yamamoto A, Takamizawa T, Kurokawa H et al. Influence of moisture on dentin bond strength of single-step self-etch adhesive systems. *J Oral Sci* 2006;48:131-7.
30. Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomez N, Tancredo L, Filho LER, Nogueira FN et al. Effect of smear layer thickness and ph of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin. *J Adhes Dent* 2005;7:117-26.
31. Nunez R, Competitive analysis of self-etch adhesives. *The Journal of Dental Research & Applications*.1. 2007;1:12-4.
32. Milia E, Santini A. Ultrastructural transmission electron microscopy (tem) study of hybrid layers formed beneath a one-bottle adhesive system using the total-etch technique and a self-etching system. *Quintessence Int* 2003;34:447-52.
33. Sidhu SK, Omata Y, Tanaka K, Koshiro K, Spreafico D, Semeraro S et al. Bonding characteristics of newly developed all-in-one adhesives. *J Biomed Mater Res Part B: Applied Biomaterials*. 2007;297-303.
34. De Munck J, Van Meerbeek B. An in vitro and in vivo study on the durability of biomaterial-tooth bonds. *Doktora Tezi, Leuven, Belçika*, 2003.
35. Do Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD. Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin. *J Dent* 2009;37:82-90.
36. De Munck J, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, et al. One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Oper Dent* 2005;30:39-49.
37. Hashimoto M, Fujita S, Kaga M, Yawaka Y. Effect of water on bonding of one-bottle self-etching adhesives. *Dent Mater J* 2008;27:172-8.

38. Van Landuyt K, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. *J Dent* 2006;34:77-85.
39. Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives part II: Etching effects on unground enamel. *Dent Mater* 2001;17:430-44.
40. Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashley DH. Bonding of mild self-etching adhesives. *Dent Mater* 2008;27:172-8.
41. Gregoire G, Ahmed Y. Evaluation of the enamel etching capacity of six contemporary self-etching adhesives. *J Dent* 2007;35:388-97.
42. Erickson RL, De Gee AJ, Feilzer AJ. Fatigue testing of enamel bonds with self-etch and total-etch adhesive systems. *Dent Mater* 2006;22:981-7.
43. Can Say E, Nakajima M, Senawongse P, Soyman M, Özer F, Ogata M et al. Microtensile bond strength of a filled vs unfilled adhesive to dentin using self-etch and total-etch technique. *J Dent* 2006;34:283-91.
44. Furukawa M, Shigetani Y, Finger WJ, Hoffman M, Kanehira M, Endo T et al. All-in-one self-etch model adhesives: Hema-free and without phase separation. *J Dent* 2008;36:402-8.
45. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Cautinho E, Poitevin A, Yoshida Y et al. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 2005;84:183-8.
46. Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H et al. Effect of air-drying and solvent evaporation on the strength of hema-rich versus hema-free one-step adhesives. *Dent Mater* 2008;24:1316-23.
47. Van Landuyt KL, Snauwaert J, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. The role of hema in one-step self-etch adhesives. *Dent Mater* 2008;24:1412-9.
48. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 2001;17:296-308.
49. Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: A systematic review. *Dent Mater* 2005;21:895-910.
50. Van Landuyt K, Peumans M, Fieuws S, De Munck J, Cardoso MV, Ermis RB et al. A randomized controlled clinical trial of hema-free all-in-one adhesive in non-carious cervical lesions at 1 year. *J Dent* 2008;36:847-55.
51. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* 2007;28:3757-85.

52. Moszner N, Fischer UK, Angermann J, Rheinberger V. Bis-(acrylamide)s as new cross-linkers for resin-based composite restoratives. *Dent Mater* 2006;22:1157-62.
53. Abdalla AI, Feilzer AJ. Four-year water degradation of a total-etch and two self-etching adhesives bonded to dentin. *Dent Mater* 2008;36:611-7.
54. Abdalla AI, El Zohairy AA, Aboushelib MMN, Feilzer AJ. Influence of thermal and mechanical load cycling on the microtensile bond strength of self-etching adhesives. *Am J Dent*. 2007;20:250-4.
55. Shimada Y, Antonucci JM, McDonough WG, Schumacher GE. A novel microshear test to measure dental adhesion. *Adhesion Society* 2001;25-8.
56. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: A review. *Dent Mater* 1995;11:117-25.
57. Sadek FT, Goracci C, Cardoso PEC, Tay FR, Ferrari M. Microtensile bond strength of current dentin adhesives measured immediately and 24 hours after application. *J Adhes Dent* 2005;7:297-302.
58. Loguercio AD, Barroso LP, Grande RHM, Reis A. Comparison of intra- and intertooth resin-dentin bond strength variability. *J Adhes Dent* 2005;7:151-8.
59. Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P et al. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2008;10:7-16.
60. <http://www.lloyd-instruments.co.uk/testtypes/shear.cfm>, (erişim tarihi: 23.02.2009).
61. Fejerskov O, Larsen MJ, Richards A, Baelum V. Dental tissue effects of fluoride. *Adv Dent Res* 1994;8:15-31.
62. Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N. Bonding to dentin with a self-etching primer: The effect of smear layers. *Dent Mater* 2001;17:122-6.
63. Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashley DH. Bonding of mild self-etching primers/ adhesives to dentin with thick smear layers. *Am J Dent* 2003;16:340-6.
64. Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P et al. Influence of three specimen fixation modes on the micro-tensile bond strength of adhesives to dentin. *Dent Mater J* 2007;26:694-9.
65. Knobloch LA, Gailey D, Azer S, Johnston WM, Clelland N, Kerby RE. Bond strengths of one- and two-step self-etch adhesive systems. *J Prosthet Dent* 2007;97:216-22.

66. Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G, Lopes AL. Field emission SEM comparison of four postfixation drying techniques for human dentin. *J Biomed Mater Res* 1995;29:1111-20.
67. Özdemir O. İki Ortalamanın Karşılaştırılması. *Medikal İstatistik*. 1. Baskı. İstanbul: İstanbul Medikal Yayıncılık Ltd. Şti. 2006: 123-40.
68. Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Cardoso PEC. Microtensile bond strength tests: Scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *Eur J Oral Sci* 2002;110:585-91.
69. Eckert GJ, Platt JA. A Statistical evaluation of microtensile bond strength methodology for dental adhesives. *Dent Mater* 2007;23:385-91.
70. Armstrong SR, Boyer DB, Keller JC. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. *Dent Mater* 1998;14:44-50.
71. Eldarrat AH, High AS, Kale GM. In vitro analysis of 'smear layer' on human dentin using ac-impedance spectroscopy. *J Dent* 2004;32:547-54.
72. Oliveira SSA, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall Jr GW. The influence of dentin smear layer on adhesion: A self-etching primer vs. a total-etch system. *Dent Mater* 2003;19:758-67.
73. Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and sem evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent* 1999;27:523-30.
74. Ermiş RB. Kullanılan test araçlarının mikroyerleşme bağlanma dayanımı ölçümlerindeki etkisinin değerlendirilmesi. *Hacettepe Dişhek Fak Derg*. 2008;32: 29-37.
75. Ikeda T, De Munck, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H et al. Effect of fracture strength of primer-adhesive mixture on bonding effectiveness. *Dent Mater* 2005;21:413-20.
76. Koshiro K, Sidhu SK, Inoue S, Ikeda T, Sano H. New Concept of resin-dentin interfacial adhesion: The nanointeraction zone. *J Biomed Mater Res Part B, Appl Biomater* 77 B. 2006;401-8.
77. Gregoire G, Gugnes P, Millas A. Effect of self-etching adhesives on dentin permeability in a fluid flow model. *J Prosthet Dent* 2005;93:56-63.
78. Perdigao J, Lopes MM, Gomez G. In vitro bonding performance of self-etch adhesives: II- Ultramorphological evaluation. *Oper Dent* 2008;33:534-49.
79. Ando S, Watanabe T, Tsubota K, Yoshida T, Irokawa A, Takamizawa T et al. Effect of adhesive application methods on bond strength to bovine enamel. *J Oral Sci* 2008;50:181-6.

80. Ratnaweera PM, Nikaido T, Weerasinghe D, Wettasinghe KA, Miura H, Tagami J. Micro-shear bond strength of two all-in –one adhesive systems to unground flourosed enamel. *Dent Mater J* 2007;26:355-60.
81. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Cautinho E, Poitevin A, Yoshida Y et al. Origin of interfacial droplets with one-step adhesives. *J Dent Res* 2007;86:739-44.
82. Burrow MF, Kitasako Y, Thomas CD, Tagami J. Comparison of enamel and dentin microshear bond strengths af a two-step self-etching priming system with five all-in-one systems. *Oper Dent* 2008;33:456-60.
83. Weerasinghe DDS, Nikaido N, Ichinose S, Waidyasekara KGP, Tagami J. Scanning electron microscopy and energy-dispersive x-ray analysis of self-etching adhesive systems to ground and unground enamel. *J Mater Sci: Mater Med* 2007;18:1111–6.
84. Fu B, Sun X, Qian W, Shen Y, Chen R, Hanning M. Evidence of chemical bonding to hydroxyapaptite by phoshoric acid esters. *Biomaterials* 2005;26:5104-10.
85. Van Landuyt KL, Yoshida Y, Hirata I, Snauwaert J, De Munck J, Okazaki M et al. Influence of chemical structure of fonctional monomers on their adhesive performance. *J Dent Res* 2008;87:757-61.
86. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004;83:454-8.
87. Proença JP, Polido M, Osorio E, Erhardt MCG, Aguilera FS, Garcia-Godoy F et al. Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems. *Dent Mater* 2007;23:1542-8.
88. Fujita K, Nishiyama N. ¹³C NMR analysis of the etching efficacy of asidic monomersin self-etching primers. *J Dent* 2006;34:123-33.
89. Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K et al. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2005;84:1160-4.
90. www.kuraraydental.com, (erişim tarihi: 23.02.2009).
91. Gaintanzopoulou M, Rahiotis C, Eliades G. Molecular characterization of one-step self-etching adhesives placed on dentin and inert substrate. *J Adhes Dent* 2008;10:83-93.

92. Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater* 2006;22:533-44.
93. De Munck J, Ermiş RB, Koshiro K, Inoue S, Ikeda T, Sano H et al. NaOCl degradation of hema-free all-in-one adhesive bonded to enamel and dentin following two air-blowing techniques. *J Dent* 2007;35:74-83.
94. <http://www.dentsply.co.uk/Products/Restorative/Bonds/Xeno-V.aspx>, (erişim tarihi: 22.02.2009).
95. Sundfeld HR, Valentino TA, De Alexandre RS, Briso ALF, Sundfeld MLMM. Hybrid layer thickness and resin tag length of a self-etching adhesive bonded to sound dentin. *J Dent* 2005;33:675–81.
96. Lohbauer U, Nikolaenko SA, Petschelt A, Frankenberger R. Resin tags do not contribute to dentin adhesion in self-etching adhesives. *J Adhes Dent* 2008;10:97-103.
97. Osorio R, Pisani-Proenca J, Erhardt MCG, Osorio E, Aguilera FS, Tay FR et al. Resistance of ten contemporary adhesives to resin-dentin bond degradation. *J Dent* 2008; 36:163-9.
98. Waidyasekera PGK, Nikaido T, Weerasinghe DDS, Tagami J. Bonding of acid-etch and self-etch adhesives to human fluorosed dentine. *J Dent* 2007;35:915-22.
99. Ermiş RB. Prepare edilmiş ve edilmemiş florozisli ve normal dişlerde mineye bağlanma mekanizmasının morfolojik olarak incelenmesi: FE-SEM çalışması. *Hacettepe Diş Hek Fak Derg* 2008;11:91-5.
100. Ermiş RB, De Munck J, Cardoso MV, Coutinho E, Van Landuyt KL, Poitevin A et al. Bonding to ground versus unground enamel in fluorosed teeth. *Dent Mater* 2007;23:1250-5.
101. De Munck J, Van Landuyt KL, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 2005;84:118-32.
102. Andia-Merlin RY, Garone-Netto N, Arana-Chavez VE. SEM evaluation of the interaction between a three- step adhesive and dentin. *Oper Dent* 2001;26:440-4.
103. Frankenberger R, Perdigao J, Rosa BT, Lopes M. ‘No-bottle’ vs ‘multi-bottle’ dentin adhesives- A microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater* 2001;17:373-80.
104. Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Cuicchi B, Cattani M, Godin Ch et al. Bond strength of composite using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent* 2001;29:55-61.